



# Endommagement sous sollicitations thermiques et mécaniques d'un aluminium de nickel et d'une barrière thermique déposés sur un superalliage monocristallin

Anny Murad-Bickard

## ► To cite this version:

Anny Murad-Bickard. Endommagement sous sollicitations thermiques et mécaniques d'un aluminium de nickel et d'une barrière thermique déposés sur un superalliage monocristallin. Mécanique [physics.med-ph]. École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 1998. Français. NNT: . tel-00311996

**HAL Id: tel-00311996**

**<https://pastel.archives-ouvertes.fr/tel-00311996>**

Submitted on 24 Aug 2008

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



\_\_\_\_\_

# THESE

pour obtenir le grade de

# DOCTEUR

**de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris**  
**Spécialité Science et Génie des Matériaux**

présentée et soutenue publiquement par

**Anny BICKARD**

*Ingénieur de l'Ecole Centrale de Lyon*

le 22 décembre 1998

# Endommagement sous sollicitations thermiques et mécaniques d'une barrière thermique et d'un aluminure de nickel déposés sur un superalliage monocristallin

Directeur de thèse: Docteur Luc Rémy

**Jury:**

Professeur Daniel TREHEUX, Ecole Centrale de Lyon

: Président

Professeur Gérard BERANGER, Université de Technologie de Compiègne

: Rapporteur

Professeur Jean PETIT, Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et Aéronautique

:Rapporteur

Docteur Jean-Charles LAUTRIDOU, SNECMA

: Examineur

Docteur Rémy MEVREL, ONERA

: Examineur

**Centre des Matériaux P.M. Fourt de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris,  
B.P. 87, 91003 Evry Cedex, France**

## **Remerciements**

Cette étude a été réalisée au Centre des Matériaux de L'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris. Je remercie Monsieur le Docteur Jean-Pierre TROTTIER son Directeur, pour son accueil.

Je tiens à exprimer toute ma reconnaissance à Monsieur le Docteur Luc REMY qui a dirigé cette thèse et qui m'a accordé une grande confiance et une grande autonomie. Nos discussions scientifiques ont toujours été passionnantes et productives.

Le travail s'inscrivant dans le cadre d'un contrat avec le groupe Snecma, je remercie les ingénieurs de cette société qui ont suivi ce travail avec un grand intérêt: Messieurs les Docteurs Jean-Marc THERET, Jean-YVES GUEDOU et Jean-Charles LAUTRIDOU, Mademoiselle Valérie GUENON et Monsieur Alex TOUSSAINT. D'autre part, les échanges que j'ai eus avec Monsieur le Docteur Philippe PERRUCHAUT m'ont été d'un grand bénéfice. Son enthousiasme, son dynamisme et sa disponibilité m'ont en particulier soutenu pendant une phase délicate de la rédaction.

Les compétences de nombreuses personnes du Centre des Matériaux m'ont permis de me former aux techniques expérimentales.

Un grand merci aux deux techniciens de mon équipe: Madame Christiane BECHEMIN qui passa de longues heures au microscope à balayage pour effectuer un travail des plus laborieux, Monsieur Yvon ROSELIE à qui je dois ma connaissance des machines d'essais mécaniques et de leurs subtilités technologiques.

Ma reconnaissance va également à Madame Véronique MATOS, secrétaire, pour sa constante bonne humeur, sa grande disponibilité et sa profonde amabilité.

Je tiens à exprimer ma sympathie envers mes collègues de l'atelier, Messieurs Jean-Louis AJZENBERG, Georges CASSAS, Jean-Pierre ETOURNEAU, James GIBIER et Christophe MEURIN. Ils se montrent par ailleurs particulièrement intéressés par les études de thèses.

Je termine en saluant mes camarades thésards ou permanents du Centre des Matériaux que j'ai cotoyés au cours de ces quatre années et qui ont contribué à l'ambiance bien sympathique: Hélène BEAUGENDRE, Myriam BOURGEOIS, Catherine GUERRE, Hélène JOUSSET, Liliane MILLEREAU, Eric CHATAIGNER, Emmanuel CHATEAU, Jérôme GRISON, Stéphane HERTZ-CLEMENS, Alain KOSTER, Laurent ESPIE, Nicolas LEGRAND, Loaise NAZE et Franck N'GUYEN qui m'apporta également son aide précieuse en analyse d'image.

La soutenance de cette thèse a eu lieu le 22 décembre 1998 à l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris sise dans l'hôtel de Vendôme qui porte encore les traces douloureuses de la libération de Paris en 1944 lorsque la Division du Général Leclerc et les F.F.I. affrontèrent les troupes de la Wehrmacht dans le boulevard Saint Michel.

Après avoir amorcé ma vocation dans les matériaux et dirigé mon Travail de Fin d'Etudes d'ingénieur à l'Ecole Centrale de Lyon en 1994, Monsieur le Professeur Daniel TREHEUX m'a fait le grand honneur de présider mon jury. Je suis particulièrement reconnaissante à Messieurs les Professeurs Gérard BERANGER et Jean PETIT d'avoir accepté avec enthousiasme les fonctions de rapporteurs. Je remercie également Messieurs les Docteurs Jean-Charles LAUTRIDOU et Rémy MEVREL pour avoir examiné ce travail avec une grande attention.

Je leur suis d'autant plus reconnaissante que le travail que je leur ai infligé était lourd et je tiens à m'en excuser.

La soutenance s'est achevée par un pot au "Gewurtztraminer Vendanges Tardives" soigneusement préparé par mes parents qui par ailleurs ont tout deux relu ce document en entier. Je les en remercie mais ma gratitude pour eux, ainsi que pour Thierry et Ayman, va encore davantage au soutien constant qu'ils m'ont apporté pendant ces années pour atteindre ce but.



## Sommaire

<b>Remerciements .....</b>	<b>1</b>
<b>Sommaire .....</b>	<b>3</b>
<b>Introduction.....</b>	<b>11</b>
<b>Chapitre I: Examen physico-chimique du matériau .....</b>	<b>17</b>
I.1. Historique .....	19
I.1.1. Les superalliages .....	19
I.1.2. Les revêtements .....	20
I.2. Les matériaux étudiés .....	21
I.2.1. Le substrat .....	21
I.2.1.1. Propriétés thermo-chimiques .....	21
I.2.1.1.1. <i>Composition</i> .....	21
I.2.1.1.2. <i>Elaboration</i> .....	21
I.2.1.1.3. <i>Durcissement</i> .....	21
I.2.1.1. Propriétés physiques .....	23
I.2.1.3. Propriétés mécaniques de l'orientation cristallographique [001] .....	24
I.2.1.4. Coalescence .....	25
I.2.2. L'aluminiure C1A .....	25
I.2.2.1 La cémentation en caisse basse activité .....	26
I.2.2.2. Le procédé C1A .....	26
I.2.2.2.1. <i>L'aluminisation par diffusion</i> .....	26
I.2.2.2.2. <i>La chromisation</i> .....	26
I.2.2.3. Propriétés .....	27
I.2.3. La barrière thermique .....	27
I.2.3.1. La couche d'accrochage CN22 .....	28
I.2.3.1.1. <i>Composition</i> .....	28
I.2.3.1.2. <i>Rôle du platine</i> .....	28
I.2.3.1.2. <i>Propriétés physiques et mécaniques</i> .....	28
I.2.3.2. La couche céramique .....	32
I.2.3.1.1. <i>Procédé de dépôt EBPVD</i> .....	33
I.2.3.1.2. <i>Stabilisation de la zircone par l'yttrine</i> .....	33
I.2.3.1.3. <i>Microstructure du dépôt céramique</i> .....	34
I.2.3.1.4. <i>Propriétés</i> .....	34
I.2.4. Traitements thermiques appliqués aux matériaux .....	36
I.3. Evolution de la barrière thermique en oxydation statique .....	38

I.3.1. La liaison céramo-métallique.....	38
I.3.1.1. La couche d'oxyde.....	38
I.3.1.2. Rôle de l'élément soufre du sousbrat dans la formation de cavités .....	40
I.3.1.3. Epaisseur de la couche d'oxyde .....	42
I.3.1.4. Propriétés de l'alumine.....	43
I.3.2. Modifications chimiques de la sous-couche dues à l'oxydation.....	45
I.3.2.1. Analyse chimique quantitative du matériau brut.....	45
I.3.2.2. Evolution des profils au cours de l'oxydation.....	48
<b>Chapitre II: Endommagement de la sous-couche.....</b>	<b>53</b>
II.1. Théorie des singularités de contrainte en pointe d'une fissure transverse.....	55
II.1.1. Fissuration transverse d'une couche mince .....	55
II.1.2. Propagation de fissures à la surface de la protection .....	57
II.1.3. Evolution d'une fissure entièrement localisée dans la protection.....	58
II.1.4. Multifissuration .....	59
II.1.5. Conséquences pour le substrat .....	60
II.2. Examen de la transition ductile-fragile .....	61
II.2.2. Méthode expérimentale .....	62
II.2.2.1. Dispositif expérimental.....	62
II.2.2.2. Principe de dépouillement d'un essai.....	64
II.2.3. Résultats .....	65
II.2.3.1. Caractéristiques des essais réalisés.....	65
II.2.3.2. Fissuration.....	66
II.2.3.2.1. <i>Observations</i> .....	66
II.2.3.2.2. <i>Le clivage</i> .....	68
II.2.3.3. Déformation critique.....	70
II.2.3.3.1. Evolution de la déformation critique avec la température... ..	70
II.2.3.3.2. Comparaison des résultats obtenus à 25°C sur les géométries Ø6 et Ø1....	71
II.2.4. Effet de volume .....	72
II.2.4.1. Statistique de Weibull.....	72
II.2.4.2. Module de Weibull issu des déformations critiques .....	74
II.2.4.3. Module de Weibull issu de la distribution de taille de grains .....	74
II.2.4.4. Comparaison des deux méthodes.....	77
II.3. Propriétés viscoplastiques d'un aluminure de nickel en couche mince .....	78
II.3.1. Introduction .....	78
II.3.2. Procédure expérimentale .....	78
II.3.2.1. Définition des éprouvettes.....	78
II.3.2.2. Validation de l'expérience sur le matériau nu .....	79
II.3.2.3. Instrumentation et paramètres expérimentaux.....	80
II.3.3. Résultats des essais .....	81
II.3.3.1. Examen microstructural de la surface des éprouvettes .....	81
II.3.3.2. Examen microstructural d'une coupe sagittale des éprouvettes .....	83
II.3.3.3. Synthèse des mesures .....	86
II.3.4. Loi de viscoplasticité du revêtement C1A.....	87

II.3.4.1. Influence de la protection sur le comportement du système .....	87
II.3.4.2. Modélisation du comportement composite .....	89
II.3.4.2.1. Formalisme du modèle .....	89
II.3.4.2.2. Identification des paramètres .....	91
II.4. Etat des connaissances concernant les propriétés d'un aluminium de nickel .....	99
II.4.1. Introduction .....	99
II.4.2. Fatigue thermique de la protection C1A .....	99
II.5. Fatigue oligocyclique à 200°C .....	103
II.5.1. Principe des essais .....	103
II.5.1.1. Méthode expérimentale .....	103
II.5.1.2. Méthode de dépouillement .....	104
II.5.2. Résultats .....	105
II.5.3. Mécanisme de rupture de la protection .....	106
II.6 Modélisation de la rupture fragile de la protection en fatigue à 200°C .....	108
II.6.1. Configuration du modèle .....	108
II.6.1.1. Terminologie .....	108
II.6.1.2. Géométrie .....	108
II.6.1.3. Mécanisme de fissuration .....	109
II.6.2. Mécanisme de la fissuration .....	110
II.6.2.1. Le transfert de charge .....	110
II.6.2.2. Effet de l'orientation des grains .....	111
II.6.2.3. Effet de volume .....	111
II.6.2.4. Propagation de la fissure .....	112
II.6.3. Identification des paramètres .....	112
II.7. Prédiction de la durée de vie de la protection C1A en fatigue thermique .....	113
II.7.1. Mécanisme de fissuration en fatigue thermique .....	113
II.7.2. Calcul de la fissuration de la protection en fatigue thermique .....	114
II.7.2.1. Discrétisation de l'éprouvette prismatique .....	114
II.7.2.2. Fissuration des éléments de protection .....	115
II.7.2.3. Analyse des résultats obtenus .....	116
II.7.3. Contribution du substrat .....	117
II.7.3.1. Propagation en fatigue .....	118
II.7.3.2. Propagation due à l'oxydation .....	119
II.7.3.3. Calcul de la vitesse de propagation dans le substrat .....	119
II.7.3.3.1. Formalisme du modèle .....	119
II.7.3.3.2. Discussion des résultats .....	121
II.7.4. Conclusion .....	122
<b>Chapitre III: Résistance interfaciale de la barrière thermique .....</b>	<b>123</b>
III.1. Le délaminage et l'écaillage .....	125
III.1.1. Amorçage d'une décohésion .....	125
III.1.1.1. Le flambage .....	125
III.1.1.2. L'effet de coin .....	128

III.1.1.3. Compétition enclavage-flambage.....	128
III.1.2. Propagation .....	128
III.1.3. Cas des contraintes résiduelles d'origine thermique.....	129
III.2. Mécanique de la fissuration interfaciale .....	129
III.2.1. Fissuration purement interfaciale .....	129
III.2.1.1. Singularité de contrainte en pointe de fissure .....	129
III.2.1.2. Interpénétration des faces de la fissure .....	131
III.2.1.3. Tentatives de simplification du concept.....	133
III.2.2. Fissuration sub-interfaciale .....	133
III.2.2.1. Formalisme .....	133
III.2.2.2. Condition de propagation sub-interfaciale.....	134
III.2.3. Déviation de fissure .....	134
III.2.3.1. Formalisme .....	134
III.2.3.1. Influence d'une contrainte locale tangentielle.....	135
III.3. Sollicitation monotone de la barrière thermique pré-oxydée.....	136
III.3.1. Introduction .....	136
III.3.2. Procédure d'essai.....	137
III.3.2.1. Définition des éprouvettes .....	137
III.3.2.2. Description de l'essai .....	138
III.3.2.2.1. Phase de vieillissement.....	139
III.3.2.2.2. Sollicitation mécanique .....	140
III.3.3. Résultats expérimentaux.....	140
III.3.3.1. Durées de vieillissement.....	140
III.3.3.2. Examen microstructural des éprouvettes écaillés par vieill.....	141
III.3.3.2.1. Examen visuel.....	141
III.3.3.2.2. Examen microscopique et analyse chimique semi-quantitative. ....	142
III.3.3.3. Résultats des sollicitation mécaniques .....	145
III.3.3.3.1. Déformations subies par les éprouvettes .....	146
III.3.3.3.2. Surface des éprouvettes .....	147
III.3.3.3.3. Fissuration transverse de la sous-couche.....	148
III.3.3.3.4. Délaminage et écaillage.....	151
III.3.3.3.5. Observation microscopique de l'interface.....	157
III.3.4. Microscopie quantitative sur les éprouvettes.....	158
III.3.4.1. Méthode de mesure .....	158
III.3.4.1.1. Terminologie.....	158
III.3.4.1.2. Caractéristiques des distributions.....	159
III.3.4.2. Influence du temps de vieillissement .....	160
III.3.4.3. Influence du rayon de courbure de l'éprouvette.....	161
III.4. Mécanique de la rupture par indentation.....	163
III.4.1. Milieu homogène semi-infini.....	163
III.4.1.1. Champs de contrainte par indentation.....	163
III.4.1.2. Fissuration par indentation.....	163
III.4.2. Indentation interfaciale .....	165
III.5. Essais d'indentation de l'interface alumine/sous-couche.....	167
III.5.1. Introduction.....	167
III.5.2. Procédure d'essai.....	167

III.5.3. Résultats expérimentaux.....	168
III.5.4. Analyse de l'origine de la dispersion des résultats .....	171
III.5.4.1. Influence de la position de l'empreinte par rapport à l'interface.....	171
III.5.4.2. Influence de l'écrouissage local de l'interface .....	173
III.5.4.3. Estimation de l'énergie de surface interfaciale.....	176
<b>Chapitre 4: Fatigue oligocyclique isotherme et anisotherme .....</b>	<b>181</b>
IV.2. Introduction.....	183
IV.2.1. Principe de la fatigue thermique sur structure .....	183
IV.2.2. Principe des essais de type élément de volume .....	184
IV.2.2.1. Fatigue oligocyclique isotherme .....	184
IV.2.2.2. Fatigue oligocyclique anisotherme.....	185
IV.2.3. Démarche adoptée dans le travail.....	187
IV.3. Méthodes expérimentales .....	187
IV.3.1. Présentation des éprouvettes .....	187
IV.3.2. Dispositif expérimental commun à la fatigue isotherme et anisotherme .....	189
IV.3.3. Particularités de l'essai isotherme .....	189
IV.3.4. Particularités de l'essai anisotherme .....	190
IV.4. Fatigue oligocyclique isotherme à 1100°C.....	193
IV.4.1. Paramètres expérimentaux.....	193
IV.4.1.1. Définition de la durée de vie .....	193
IV.4.1.2. Conditions expérimentales .....	194
IV.4.2. Résultats des essais .....	194
IV.4.2.1. Durée de vie .....	194
IV.4.2.2. Comportement.....	195
IV.4.3. Examen microstructural .....	201
IV.4.3.1. Allure extérieure des éprouvettes .....	201
IV.4.3.2. Coupes longitudinales en cycle triangle.....	203
IV.4.3.3. Coupes longitudinales en cycle 'maint.tens.' .....	205
IV.4.3.4. Coupes longitudinales en cycle 'maint comp' .....	206
IV.4.3.5. Influence de la protection et du type de cycle sur la coalescence des $\gamma'$ .....	207
IV.4.4. Analyse quantitative.....	111
IV.4.4.1. Epaisseur d'alumine .....	111
IV.4.4.2. Cavités interfaciales .....	214
IV.5. Fatigue oligocyclique anisotherme .....	217
IV.5.1. Comportement de l'AM1 nu.....	217
IV.5.1.1. Principe expérimental.....	217
IV.5.1.2. Résultats .....	217

IV.5.2. Essais sur la barrière thermique .....	220
IV.5.2.1. Oxydation de l'éprouvette pendant la stabilisation thermique dynamamique.....	220
IV.5.2.2. Séquences de sollicitation mécano-thermique.....	223
IV.5.2.3. Gradients thermiques dans l'éprouvette.....	224
IV.5.3. Comportement .....	225
IV.5.4. Observations microstructurales.....	227
IV.5.5. Analyse quantitative.....	234
 <b>Chapitre V: Modélisation générale et discussion.....</b>	<b>237</b>
 V.1. Introduction.....	239
V.2. Les contraintes d'origine thermique .....	240
V.2.1. Cas d'un substrat macroscopiquement plan.....	241
V.2.2. Cas d'un substrat présentant une rayon de courbure macroscopique.....	243
V.2.3. Position adoptée dans ce travail.....	244
V.2.4. Ordres de grandeur des contraintes thermiques .....	246
V.2.5. Cas d'une interface oxyde-métal non régulière.....	246
V.2.6. Calcul des contraintes tangentielles d'origines thermique et mécanique du système .....	247
V.2.6.1. Formalisme du calcul des contraintes tangentielles .....	248
V.2.6.2. Calcul lors d'un refroidissement à four coupé .....	248
V.2.6.3. Calcul pendant un cycle thermique anisotherme à contrainte nulle .....	251
V.2.6.4. Calcul lors d'une sollicitation thermique et mécanique combinée .....	256
V.2.6.5. Calcul dans le cas d'un cycle de fatigue oligocyclique isotherme.....	260
V.2.7. Calcul des contraintes normales dues à la courbure du substrat .....	263
V.3. Les contraintes ayant pour origine la croissance de la couche d'alumine.....	269
V.3.1. Origine théorique des contraintes de croissance.....	270
V.3.1.1. Cas d'un substrat macroscopiquement plan.....	270
V.3.1.1.1. Mécanisme de croissance cationique.....	271
V.3.1.1.2. Mécanisme de croissance anionique.....	272
V.3.1.2. Causes de la génération de contraintes .....	273
V.3.1.2.1. Substrat plan en contact avec le gaz oxydant.....	273
V.3.1.2.2. Substrat présentant une courbure macroscopique en contact avec l'oxydant .....	274
V.3.1.2.3. Effet de la couche de céramique au-dessus de la zircone.....	276
V.3.2. Application de la théorie au système de l'étude .....	277
V.3.2.1. Les modèles de calcul des contraintes de croissance.....	277
V.3.2.1.1. Cas d'une expansion isotrope de l'oxyde.....	277
V.3.2.1.2. Introduction du rayon de courbure du métal .....	279
V.3.2.2. Modélisation physique de l'oxydation .....	279

V.3.2.2.1. <i>Modèle de Manning</i> .....	279
V.3.2.2.2. <i>Hypothèse de changement de phase dans le cas de l'étude</i> .....	281
V.3.2.2.3. <i>Mesure expérimentale du déplacement des interface dû à l'oxydation</i> .....	281
V.3.2.2.4. <i>Application directe du modèle de Manning dans le cas d'une croissance</i> .....	283
V.3.2.2.5. <i>Modèle de croissance orthotrope</i> .....	283
V.3.2.2.6. <i>Modèle de croissance unidirectionnelle</i> .....	284
V.3.2.3. <i>Expression des contraintes de croissance en fonction de l'épaisseur d'oxyde</i> .....	284
V.3.2.3.1. <i>Expression des contraintes ayant pour origine l'expansion normale</i> .....	285
V.3.2.3.2. <i>Expression des contraintes ayant pour origine l'expansion tangentielle</i> .....	286
V.4. <i>Influence de la contrainte sur la cinétique de croissance de l'alumine</i> .....	288
V.4.1. <i>Généralités</i> .....	288
V.4.1.1. <i>Mécanisme thermodynamique</i> .....	288
V.4.1.2. <i>Mécanisme mécanique</i> .....	289
V.4.2. <i>Analyse des épaisseurs d'alumine de la barrière thermique</i> .....	290
V.4.2.1. <i>Recherche des paramètres influant la cinétique d'oxydation</i> .....	290
V.4.2.2. <i>Expression de l'épaisseur d'oxyde en fonction des paramètres influant</i> .....	293
V.5. <i>Les cavités interfaciales</i> .....	299
V.5.1. <i>Origines physiques des la germination et de la croissance des cavités</i> .....	299
V.5.2. <i>Modélisation de la germination et la croissance des cavités</i> .....	300
V.5.2.1. <i>Théorie de croissance de cavités</i> .....	300
V.5.2.1.1. <i>Croissance contrôlée par la déformation plastique</i> .....	301
V.5.2.1.2. <i>Croissance contrôlée par la diffusion</i> .....	301
V.5.2.2. <i>Germination des cavités</i> .....	301
V.5.2.3. <i>Critère de rupture</i> .....	303
V.5.3. <i>Etude des cavités des éprouvettes en sollicitation isotherme</i> .....	303
V.5.3.1. <i>Mécanisme de germination et croissance</i> .....	303
V.5.3.2. <i>Dommages interfacial</i> .....	308
V.6. <i>Energie de rupture interfaciale</i> .....	311
V.6.1. <i>Modélisation de l'endommagement des éprouvettes AG2C</i> .....	311
V.6.1.1. <i>Effet de volume sur la taille des défauts critiques</i> .....	311
V.6.1.2. <i>Tentatives de modélisation directe</i> .....	315
V.6.2. <i>Modèle de rupture interfaciale le long d'une génératrice d'éprouvette</i> .....	316
V.6.2.1. <i>Modèle de rupture due à un alignement périodique de défauts interfaciaux</i> .....	316
V.6.2.1.1. <i>Géométrie du modèle</i> .....	316
V.6.2.1.2. <i>Mécanisme de rupture des éléments de volume</i> .....	317
V.6.2.1.3. <i>Etat de contrainte des éléments</i> .....	318
V.6.2.1.4. <i>Résultats du modèle</i> .....	320
V.6.2.2. <i>Modèle de type maillon le plus faible</i> .....	320
V.6.2.2.1. <i>Particularités inhérentes à cette nouvelle formulation</i> .....	322

V.6.2.2.2. <i>Résultats du modèle</i> .....	323
V.6.3. Etude de la rupture interfaciale ortho-radiale dans une tranche.....	324
V.6.3.1. Géométrie du modèle de flambage.....	325
V.6.3.2. Condition d'écaillage par flambage.....	326
V.6.4. Identification des composantes du tenseur des contraintes morphologiques.....	328
V.7. Généralisation.....	330
V.7.1. Etat de contrainte dans les différentes conditions étudiées .....	330
V.7.2. Endommagement en oxydation isotherme statique.....	332
V.7.3. Endommagement en oxydation isotherme couplée à la déformation mécanique.....	333
V.7.3.1. Endommagement volumique .....	334
V.7.3.2. Endommagement interfacial.....	337
V.7.4. Endommagement en oxydation anisotherme couplée à la déformation mécanique. ....	337
V.7.4.1. Généralités .....	337
V.7.4.2. Tentative d'application des lois d'oxydation isotherme à l'essai anisotherme .....	338
V.7.4.3. Modèle de microfissuration de la couche d'alumine.....	340
V.7.4.3.1. <i>Position du problème</i> .....	340
V.7.4.3.2. <i>Principe théorique du problème</i> .....	341
V.7.4.3.3. <i>Application du modèle à la fatigue mécano-thermique</i> .....	341
V.7.4.4. Evolution possible du dommage de la couche d'alumine causé par la multifiss-.....	346
<b>Conclusion</b> .....	349
<b>Bibliographie</b> .....	357
<b>Annexe 1:</b> Préparation des échantillons de barrière thermique .....	381
<b>Annexe 2:</b> Histogrammes .....	385
<b>Annexe 3:</b> Identification des paramètres de la loi de Basquin .....	397
<b>Annexe 4:</b> Solutions de mécanique de la rupture interfaciale .....	403
<b>Annexe 5:</b> Calcul de l'aire d'un élément de surface de l'éprouvette AG2C.....	409
<b>Annexe 6:</b> Essais de fatigue thermique .....	413
<b>Annexe 7:</b> Ecroutissage cyclique isotherme .....	421
<b>Annexe 8:</b> Calcul des contraintes dans le système .....	431
<b>Annexe 9:</b> Empreintes d'indentation .....	437



## Introduction

Dans le cadre du programme de développement du moteur M88 par SNECMA, pour l'avion militaire Rafale, une nouvelle génération de turbines a été conçue. La figure 1 montre un éclaté du moteur M88. Les aubes de la turbine haute pression sont directement exposées à la détente des gaz de combustion.

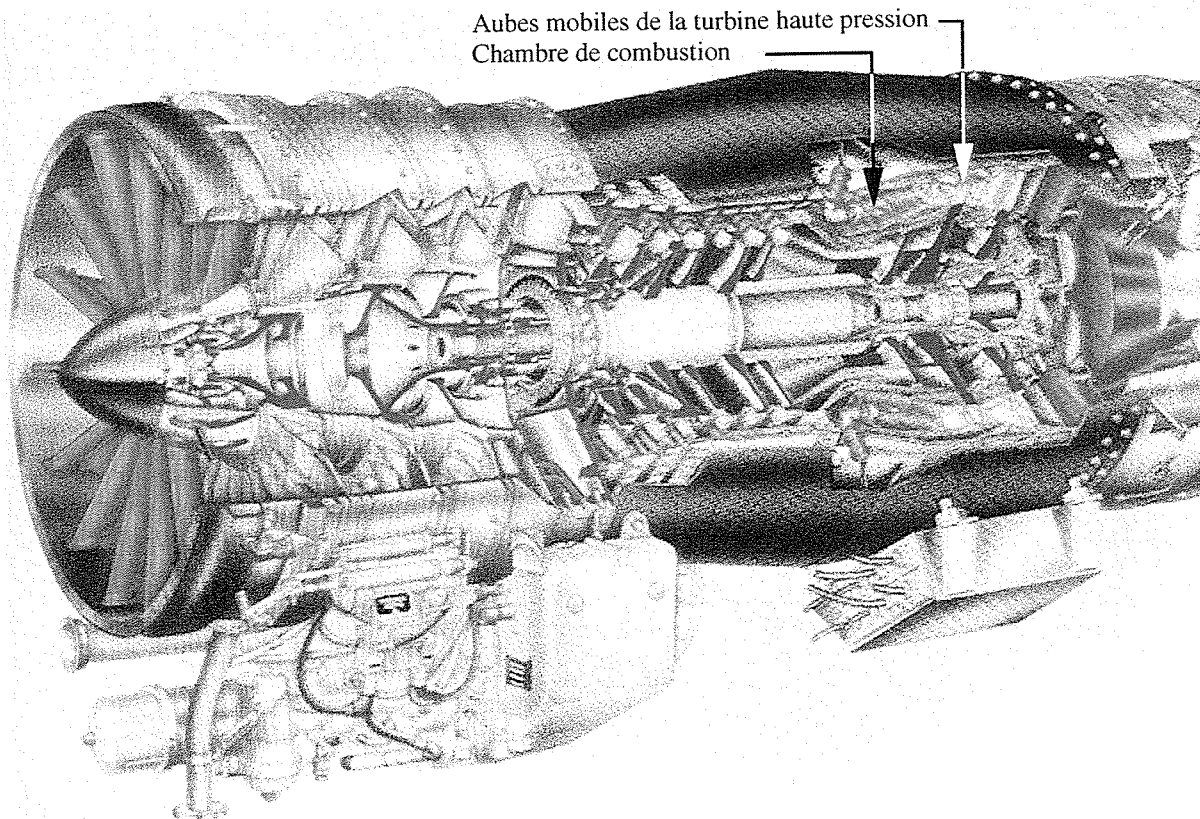
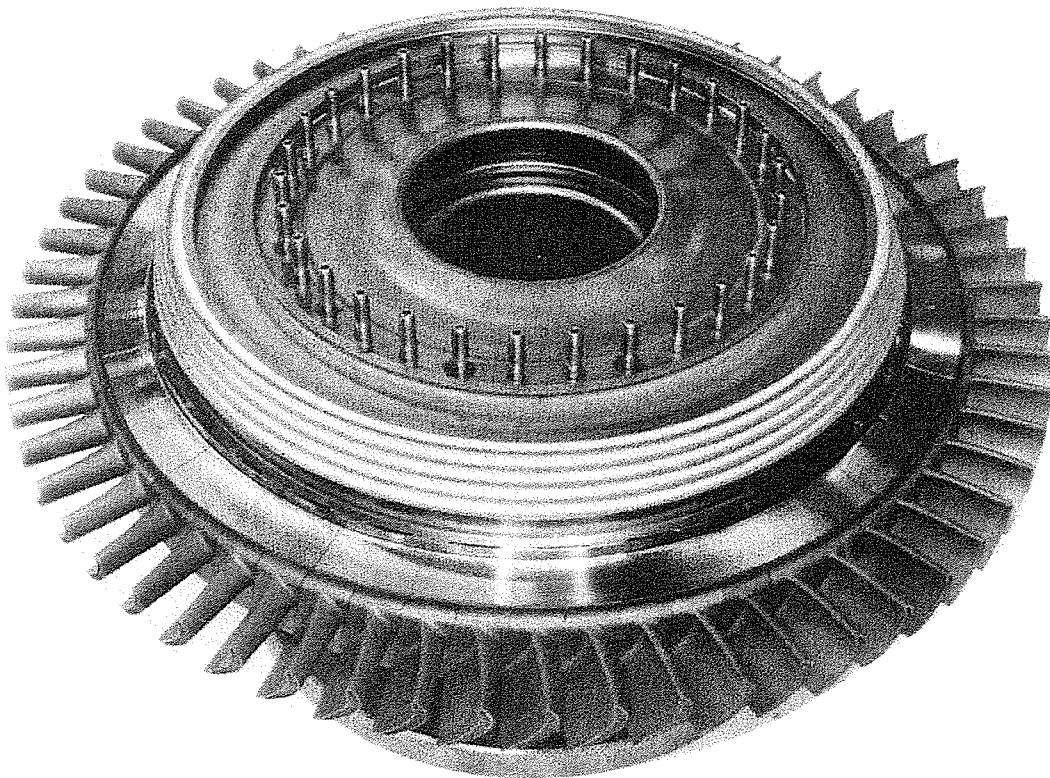


Figure 1: éclaté de moteur M88 (document SNECMA).

Depuis 1960, la température d'entrée de turbine a augmenté au rythme d'environ 15°C par an, afin d'améliorer le rendement thermodynamique des moteurs. Le bord d'attaque des aubes (figure 2) est la zone qui supporte la température la plus forte.

Les progrès dans le rendement des moteurs sont surtout rendus possible par le développement de nouveaux superalliages; les aubes mobiles sont élaborées en alliages à base de nickel de structure cubique à face centrée et durcis par une fraction volumique de phase  $\gamma'$  L12. L'augmentation des propriétés mécaniques en traction et en fluage a été assurée en augmentant cette fraction volumique, d'où le passage progressif d'alliages forgés à des alliages

de fonderie équiaxes puis colonnaires. Ainsi, les monocristaux à base de nickel, qui ont successivement remplacé les polycristaux à base de cobalt ou à base de nickel et les alliages élaborés par solidification dirigée, ont permis d'augmenter la température d'entrée de turbine. Ceci est rendu possible grâce à l'élévation de la température de fusion commençante jusqu'à environ de 1310°C pour l'AM1 et un peu au-delà pour les alliages plus récents (Fredholm 1987, Bois-Théret-Rémy 1986), en éliminant des éléments (C, Zr) destinés à améliorer la tenue des joints de grains. De plus, la solidification des aubes selon la direction  $\langle 001 \rangle$ , direction de module d'Young minimum, permet d'améliorer la résistance à la fatigue thermique en baissant la contrainte principale d'origine thermique. Ces monocristaux conservent une bonne résistance mécanique jusqu'à des températures supérieures à 80% de leur température de solidus de l'ordre de 1573K.



**Figure 2 :** disque de turbine haute pression M88-2 (document SNECMA) garni d'aubes sur sa circonférence. Le bord d'attaque des aubes est situé vers le haut. Le bord de fuite est vers le bas.

Toutefois, les températures d'entrée de turbine deviennent supérieures à 1500°C et la température du monocristal doit être abaissée par des techniques de refroidissement de plus en plus sophistiquées, avec de l'air prélevé dans le flux de sortie du compresseur.

Les aubes en service sont alors soumises à des sollicitations très sévères:

- elles subissent des transitoires en température qui se répètent à chaque cycle de décollage, vol stabilisé et atterrissage (figure 3), qui engendrent des contraintes d'origine thermique dans la structure où siège un gradient de température;

- le refroidissement des aubes accroît le gradient thermique dans le matériau et les contraintes qui en résultent;
- les aubes mobiles sont soumises à des accélérations centrifuges de l'ordre de  $10^4g$  en vol stabilisé, introduisant une composante de fluage dans la sollicitation.
- l'environnement agressif du moteur est un facteur d'endommagement supplémentaire. La corrosion par des composés du soufre intervient dans toute la plage de températures de fonctionnement mais au-delà de  $950^\circ\text{C}$ , l'oxydation devient prépondérante.

La fatigue thermique, le fluage et l'oxydation peuvent agir de manière couplée pour accroître encore davantage l'endommagement.

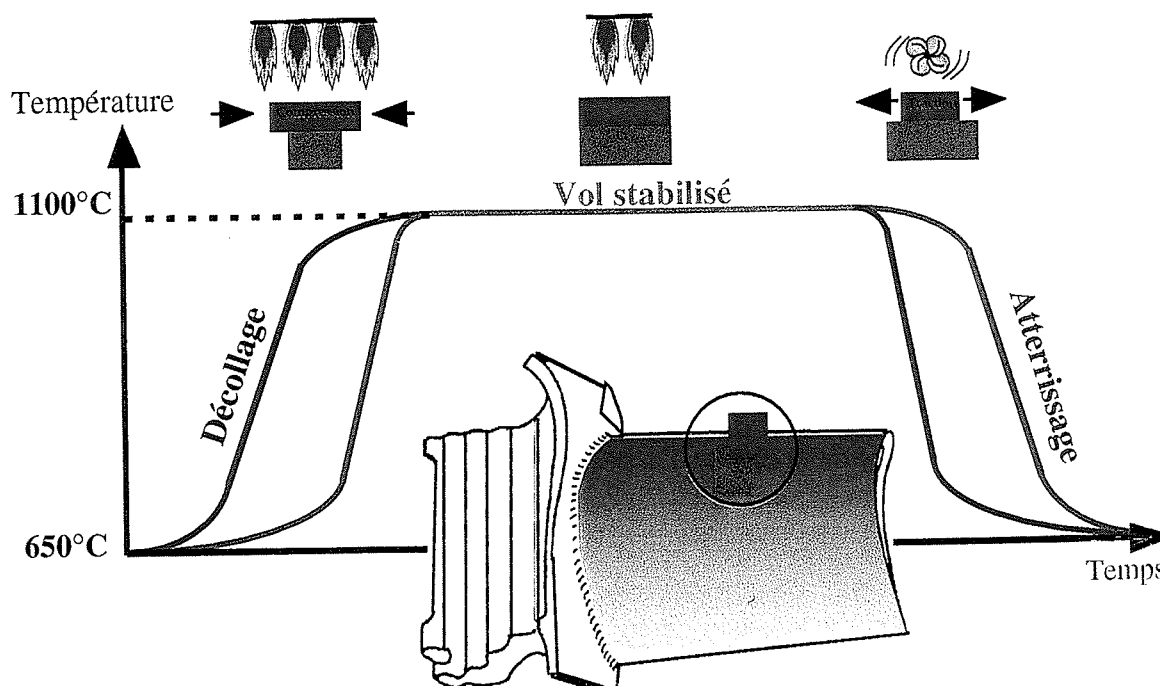


Figure 3: sollicitations cycliques mécano-thermiques subies par les aubes

Outre l'utilisation d'alliages qui conservent de bonnes propriétés mécaniques à haute température, vis à vis de la fatigue thermique et du fluage, l'effet de l'environnement est limité par le dépôt de protections anti-oxydantes sur le substrat.

Le substrat AM1, superalliage monocristallin à base de nickel, protégé par le revêtement C1A, chromisation suivie d'une aluminisation par cémentation en caisse basse activité dont il résulte un aluminure de nickel allié, est un système qui a déjà fait ses preuves sur le Rafale.

Toutefois, l'ambition de SNECMA étant d'atteindre des températures d'entrée de turbine de  $1580^\circ\text{C}$ , les aubes monocristallines refroidies ne permettent plus de tenir les objectifs visés. Le système composé du substrat et de la protection anti-oxydante doit encore être revêtu d'une couche d'oxyde réfractaire qui limitera la température de la surface des alliages métalliques.

Le concept de barrière thermique devient donc le seul moyen de continuer à accroître davantage la température d'entrée de turbine. Il s'agit de manière générale d'un revêtement bi-

couche composé d'une sous-couche déposée directement sur le substrat et d'une couche de céramique.

La sous-couche métallique assure deux fonctions: la protection du substrat contre l'oxydation et la liaison chimique et mécanique entre le substrat et la céramique. La couche de céramique peut être élaborée par deux méthodes: la projection plasma et le dépôt physique en phase vapeur par faisceau d'électrons (EBPVD). La céramique plasma est très poreuse et microfissurée. Elle accommode cependant moins bien les déformations que la céramique EBPVD qui possède une microstructure colonnaire. La technique de projection plasma est actuellement utilisée et bien maîtrisée pour les pièces statiques comme les chambres de combustion, où le substrat est une simple solution solide de structure équiaxe. Selon le niveau de refroidissement et la nature de la céramique, chaque épaisseur de 0,025mm de barrière thermique permet une réduction de 17 à 33°C de la température du substrat.

Toutefois, l'application d'une barrière thermique sur une aube limite l'épaisseur de céramique que l'on peut déposer sur le substrat et requiert une bonne résistance mécanique de cette protection.

Cette thèse est consacrée à l'étude d'un système composé du monocristal AM1 revêtu par une barrière thermique pour les aubes mobiles. Elle a été supportée directement par SNECMA, dans le cadre d'une coopération entre l'ONERA matériaux (équipe de R. MEVREL), l'ONERA structures (équipe de J.L. CHABOCHE), le laboratoire de SNECMA (équipe de J.M. THERET, J.Y. GUEDOU et J.C. LAUTRIDOU) et le centre des Matériaux de l'Ecole des Mines de Paris. La barrière thermique de cette étude est constituée d'une sous-couche d'aluminure de nickel alliée avec le platine et d'une céramique EBPVD de zircone partiellement stabilisée par l'yttrine.

En raison de la ressemblance de la couche d'accrochage avec la protection C1A, vis à vis de la composition chimique et des propriétés mécaniques, une partie de l'étude sera menée sur le système AM1-C1A.

En service, malheureusement, les barrières thermiques peuvent s'écailler dans les parties les plus sollicitées, avant que la pièce n'atteigne la durée de vie spécifiée à la conception. L'écaillage conduit alors à l'apparition d'un point chaud qui peut réduire considérablement la résistance à l'amorçage de fissures en fatigue anisotherme et avoir des conséquences dramatiques.

L'écaillage n'est pas le seul mode d'endommagement des barrières thermiques. Il peut être précédé par le délaminage (fissuration cohésive ou adhésive des couches) et/ou s'accompagner par la fissuration transverse des couches. Enfin la dégradation du substrat peut survenir plus rapidement que celle de la barrière thermique ou être induite par la fissuration transverse des protections, selon le type de sollicitation.

Il semble d'après les informations publiées, que la cause principale de délaminage et d'écaillage soit due à la présence d'une couche d'alumine qui se forme par oxydation de la sous-couche, sous la céramique.

L'étude des mécanismes de dégradation du système monocristal-barrière thermique se heurte à de nombreuses difficultés expérimentales et analytiques.

- La conception d'éprouvettes d'essai mécanique ne doit pas ignorer les règles classiques de dimensionnement et doit en plus prêter une attention particulière aux effets de bord et à l'adéquation entre la géométrie et les possibilités de dépôt de la barrière thermique.

- L'instrumentation des éprouvettes, destinée à assurer le suivi de consigne des essais et l'acquisition des paramètres, est délicate puisque la céramique masque le substrat.

- Le masquage du substrat est d'autant plus problématique lorsqu'il s'agit d'observer un endommagement sous la céramique. Il doit être identifié par des essais interrompus et destructifs, procédure longue et coûteuse.

- Les procédures de préparation des échantillons après les essais, peuvent perturber l'état du matériau et rendre les observations sur coupes moins fiables.

Si l'on parvient à surmonter ces difficultés, l'analyse des résultats pose également de nombreuses difficultés.

- De nombreuses études donnent les propriétés mécaniques et physiques des aluminures massifs et des zircons massifs mais des controverses existent. Ainsi, les propriétés d'un aluminure de nickel massif, élaboré par des voies différentes, comme la métallurgie des poudres (il est impossible en effet d'utiliser les mêmes voies comme pour le dépôt plasma des alliages MCrAlY), sont connues pour des chargements statiques mais pas en fatigue. De plus, les mécanismes d'oxydation sous contrainte des aluminures de nickel ne sont pas parfaitement élucidés. La composition chimique de l'aluminure est imprécise et la rhéologie de l'alumine elle-même est très discutée. Les transformations de phase dans la zirconie et dans l'alumine sous contrainte et à haute température sont connues de manière insuffisante.

Le niveau d'incertitude concernant les propriétés des matériaux augmente davantage lorsqu'ils sont réunis dans un seul système; l'interdiffusion entre la sous-couche et le substrat crée une couche intermédiaire très hétérogène et la taille des grains d'alumine et sa morphologie est tout à fait particulière dans le cas d'une barrière thermique. Enfin, la céramique EBPVD de microstructure colonnaire présente une forte anisotropie inhérente à ce processus de dépôt.

Outre les écarts liés à l'assemblage des matériaux, l'évolution des propriétés en service est également très mal connue. La plupart des analyses sont donc menées en utilisant les propriétés des matériaux à l'état massif et en faisant un certain nombre d'hypothèses.

Cette thèse est présentée en cinq parties.

Dans la première partie, les principales propriétés des quatre matériaux constituant le système seront données: substrat AM1, aluminure de nickel CN22 (et C1A), alumine et zirconie. Elles seront relatives aux

états massifs. Nous terminerons cette partie par une étude de l'évolution de la couche d'alumine et de la composition de la sous-couche en oxydation statique.

La deuxième partie tentera de préciser quelques propriétés de la sous-couche déposée sur le substrat sans la présence de la céramique. Le système AM1-C1A sera également étudié. La rhéologie de la sous-couche est étudiée à basse température (en-dessous de 750°C) et dans son domaine viscoplastique à 950°C. La conséquence de la fissuration fragile de la sous-couche sur l'endommagement prématuré du substrat est étudiée en fatigue thermique.

La tenue de la barrière thermique en oxydation statique fait l'objet du chapitre III. L'effet de la courbure du substrat sur la cinétique d'oxydation et le dommage de l'interface alumine/sous-couche sera mis en évidence. Ce chapitre sera complété par des essais d'indentation de cette interface.

L'interaction de l'oxydation isotherme et de la déformation mécanique cyclique ainsi que celle de l'oxydation et de sollicitations cycliques thermiques et mécaniques, seront étudiées au chapitre IV par des essais de fatigue oligocyclique isotherme et de fatigue mécano-thermique.

Enfin, le chapitre V tente de synthétiser et de modéliser les principaux résultats de l'étude.

L'état de contrainte d'origine thermique, mécanique et résultant de la croissance de l'alumine sera étudié. L'énergie de l'interface alumine/sous-couche sera estimée par une modélisation micromécanique. Les paramètres agissant sur la cinétique d'oxydation et sur le dommage interfacial seront identifiés et seront intégrés dans une approche phénoménologique.

Enfin, les mécanismes d'endommagement identifiés en oxydation isotherme seront utilisés pour proposer une interprétation de l'évolution de la barrière thermique sous cette sollicitation complexe qu'est la fatigue anisotherme.

# **Chapitre I**

## **Examen physico-chimique du matériau**





## **Chapitre I: Examen physico-chimique du matériau**

### **I.1. Historique**

#### **I.1.1. Les superalliages**

La recherche sur les matériaux constitutifs des aubes de turbines de moteurs d'avions débuta aux Etats-Unis dans les années 1930. Les superalliages constituent une grande avancée dans le développement des matériaux pour turbine à gaz en général, permettant d'augmenter considérablement la tenue des matériaux aux hautes températures.

Vers la fin des années 1940 et pendant plus d'une dizaine d'années, les recherches sur les matériaux à haute température couvraient une large gamme de matériaux: des aciers inoxydables aux alliages réfractaires, en passant par les cermets. Comme le rappelle Versnyder (1982), les progrès de la métallurgie et des procédés d'élaboration dans les années 1950 ont rendu le potentiel des superalliages base cobalt et base nickel évident.

Issus d'une technologie empirique, les superalliages ont démontré leur influence favorable sur les performances des moteurs. Fawley (1972) remarque que les superalliages utilisés dans les premiers moteurs d'avions dans les années cinquante constituaient moins de 10% du poids du moteur, pour atteindre les alentours de 75% aujourd'hui.

Les performances des moteurs sont directement liées à la température d'entrée de turbine (TET). A titre indicatif, une augmentation de 50°C de la TET améliore d'environ 10% la poussée spécifique d'un moteur militaire double flux supersonique. Les TET ont augmenté au rythme de 15°C par an de 1960 à 1980. Les matériaux en tant que tels n'ont pas été les seuls facteurs de progression des TET. Les nouveaux procédés d'élaboration (fonderie à cire perdue, solidification colonnaire puis monocristalline) et les améliorations métallurgiques de chaque famille de matériaux y ont largement contribué. La réussite des développements des turbines à très haute température tient beaucoup à la compatibilité entre les matériaux et les conceptions de refroidissement avancées.

La progression de la contrainte admissible en fluage-rupture provient d'une part de l'accroissement de la fraction volumique de phase durcissante  $\gamma'$ , permise par l'élaboration au four à induction sous vide, d'autre part de la fonderie à cire perdue dans les années 1960. Des éléments d'addition abaissent la température de brûlure des superalliages. La tenue au fluage est accrue grâce à la solidification colonnaire permise par une solidification dirigée dans des fours à gradient thermique (20 à 40°C/cm). Enfin, la suppression de tout joint de grain est possible en sélectionnant une orientation de grain.

L'AM1, produit d'un programme de recherches impliquant les laboratoires Matériaux de l'ONERA, l'Ecole des Mines de Paris, Imphy S.A. et SNECMA breveté en 1983, est un fruit de ces

avancées technologiques. Ses propriétés seront détaillées dans la suite puisqu'il constitue le substrat du matériau étudié.

### **I.1.2. Les revêtements**

La recherche d'une résistance des matériaux accrue à haute température, conduit obligatoirement à s'intéresser à la tenue à l'oxydation et la corrosion. Bien que des éléments d'alliage du substrat contribuent à améliorer cette propriété, les revêtements ont été introduits dans les années 1960 pour protéger les superalliages. Ils permettent de limiter d'une part la diffusion de composés liquides ou gazeux agressifs vers le substrat et d'autre part, la diffusion d'éléments du substrat vers la surface où ils réagiraient.

Duret, Davin, Marijnissen et Pichoir (1982) ainsi que Rhys-Jones (1988) décrivent les mécanismes de corrosion et d'oxydation qui peuvent intervenir tour à tour ou simultanément dans les moteurs. A basse température (en dessous de 700°C), les sels de sodium s'acidifient et la corrosion est causée par une forte concentration de  $\text{SO}_3$ . Entre 850°C et 950°C la corrosion à chaud est causée par le sulfate de sodium dissout dans les gaz et enfin, au delà de 950°C, l'oxydation pure devient prépondérante.

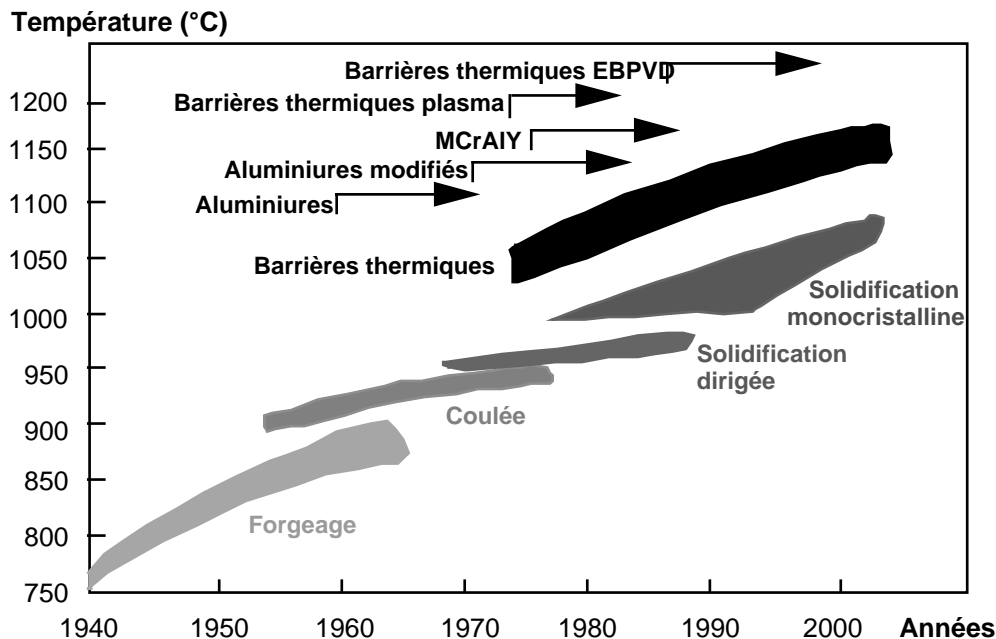
Une pièce revêtue constitue un système dont la durée de vie peut être considérablement influencée par la protection. Ainsi, la composition et le mode d'élaboration du revêtement tiennent une grande importance dans les propriétés du système obtenu.

Les trois grandes familles de procédés de dépôts sont les revêtements par diffusion, les dépôts plasma et les dépôts EBPVD qui sont passés en revue par Hancock et Malik (1994). Mevrel (1989) introduit d'autres procédés, tels que la codéposition électrolytique et l'électrophorèse, développés beaucoup plus récemment. Ne présentant pas l'inconvénient du coût élevé et des difficultés technologiques des procédés plus anciens, notamment pour les pièces de géométrie complexe, ils pourraient connaître un essor dans les années à venir.

La protection des alliages contre l'environnement a conduit à développer ces revêtements constitués par des composés intermétalliques, essentiellement aluminures et  $\text{MCrAlY}$  ( $\text{M}=\text{Ni}, \text{Co}, \text{Fe}$ ). Aujourd'hui, les TET atteignant 1580°C, les revêtements doivent posséder en plus des propriétés réfractaires et une faible conductivité thermique. Les barrières thermiques constituées d'une couche de céramique déposée au-dessous de la protection intermétallique sont la réponse aux exigences technologiques actuelles.

Cependant, l'amélioration des propriétés d'un matériau qui doit répondre à certaines spécifications, par la complexification du système, entraîne nécessairement des aléas inhérents à l'association de plusieurs matériaux entre eux. Les recherches actuelles, dans lesquelles s'inscrit cette étude, visent à présent à identifier et limiter ces aléas.

En conclusion de ce bref historique des matériaux pour aubes de turbines aéronautiques, la figure I.1 d'après Rickerby et Low (1993) montre l'évolution de la température admissible depuis 1940 jusqu'à nos jours.



**Figure I.1:** évolution de la température supportée par les matériaux constitutifs des aubes de turbines en fonction des technologies d'élaboration et des procédés de revêtement (Rickerby, Low 1993).

## I.2. Les matériaux étudiés

Cette partie présente la microstructure du matériau multicouches et donne quelques propriétés physiques et mécaniques que l'on utilisera dans la suite de l'étude. Le substrat a déjà fait l'objet de nombreuses recherches ayant donné lieu à des thèses et il sera possible de s'y reporter pour plus de précisions: Poubanne (1989); Fleury (1991); Hanriot (1993); Fredholm (1987); Ayrault (1989).

### I.2.1. Le substrat

Le superalliage monocristallin base nickel AM1 a fait l'objet d'une optimisation poussée en fluage mais il répond également à des objectifs de fatigue thermique, de corrosion et d'oxydation.

#### I.2.1.1. Propriétés thermo-chimiques

##### *I.2.1.1.1. Composition*

La composition chimique pondérale de cet alliage est reportée dans le tableau I.1.

	Ni	Co	Cr	Mo	W	Ta	Al	Ti	C	Fe	S
Min.	bal.	6	7	1,8	5	7,5	5,1	1			3 ppm
Max.	bal.	7	8	2,2	6	8,5	5,5	1,4	0,01	0,2	

**Tableau I.1:** composition chimique pondérale (en %) de l'AM1.

Le tableau I.2 explicite le rôle des éléments d'alliage dans l'AM1.

Élément	Borné inférieurement par	Borné supérieurement par
Co	Solubilité des éléments durcissants W, Mo et Ta (tenue au fluage)	Fluage primaire, stabilité à haute température de $\alpha$ W, $\alpha$ Cr ou $\beta$ Cr
Cr	Tenue à la corrosion, résistance au fluage, allongement entre 850°C et 1100°C	Stabilité structurale de $\alpha$ Cr
Mo	Durcissement $\gamma$ à haute température	Stabilité structurale de $\mu$ Mo ou $\alpha$ Mo
W	Durcissement $\gamma$ et $\gamma'$ à haute température	
Al-Ti-Ta	Durcissement structural: fraction de phase $\gamma'$	Fenêtre de remise en solution passage $\gamma-\gamma'$ à $\gamma'-\gamma$
Al-Ti	Fluage entre 750°C et 1050°C. Densité	
Ta	Fluage des $\gamma$ à haute température	Densité
B-C-Zr-Hf		Température de solidus

**Tableau I.2:** rôle des éléments d'alliage (Bachelet, Lamanthe, 1986)

#### 1.2.1.1.2. Elaboration

L'élaboration du monocristal est effectuée par solidification dirigée selon la technique de Bridgman dans un four à gradient d'environ 40°C/cm au niveau du liquidus, pour des vitesses de tirage de l'ordre de 240 mm/heure. La solidification s'effectue sous forme de dendrites (Figure I.2) présentant une forte ségrégation et dont les troncs primaires sont distants de 350µm en moyenne. Pendant cette opération, de nombreux défauts apparaissent au sein de la microstructure. On peut observer une légère désorientation des dendrites les unes par rapport aux autres et des porosités, en particulier dans l'espace interdendritique.

#### 1.2.1.1.3. Durcissement

Le durcissement est obtenu par précipitation d'une fraction volumique élevée (68%) de la phase  $\gamma'$ . Un traitement thermique optimisé (voir paragraphe I.2.4) conduit à l'obtention de précipités cuboïdaux cohérents avec la matrice (figure I.3), la différence de paramètres de mailles n'excédant pas 0,5%.

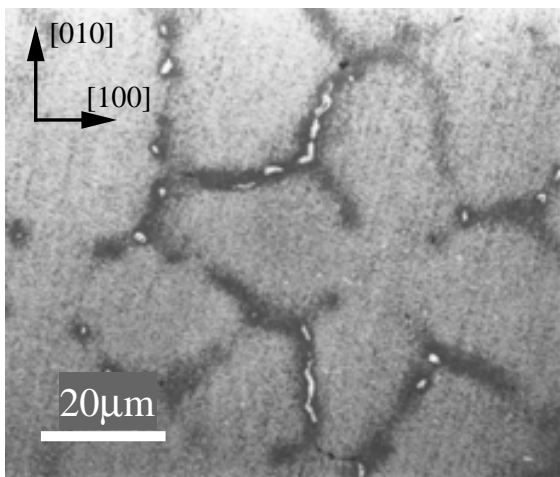
La taille des précipités est ajustée en supposant que son évolution suit une loi LSW (Lifshitz, Slyozov, Wagner 1961). Cette loi fait intervenir l'énergie d'interface  $\gamma/\gamma'$ , prise comme celle des alliages NiAl durcis par  $\text{Ni}_3\text{Al}$  et considère que seule la diffusion de l'aluminium dans le nickel favorise la précipitation. Cependant, Espié (1996) montre que la taille des précipités mesurée expérimentalement est assez éloignée de la théorie, ce qui témoigne de l'inaptitude de la loi LSW à décrire la précipitation dans les systèmes multi-constitués.

Des théories de croissance plus exactes, telles que la théorie d'Ardell (1972) qui introduit l'influence de la fraction volumique et un temps d'initiation du grossissement des particules, ou la théorie de Kahlweit (1975) qui propose un calcul diffusionnel complexe tenant compte des couplages, ne sont cependant pas utilisées en raison de la multiplicité de paramètres qu'elles font intervenir.

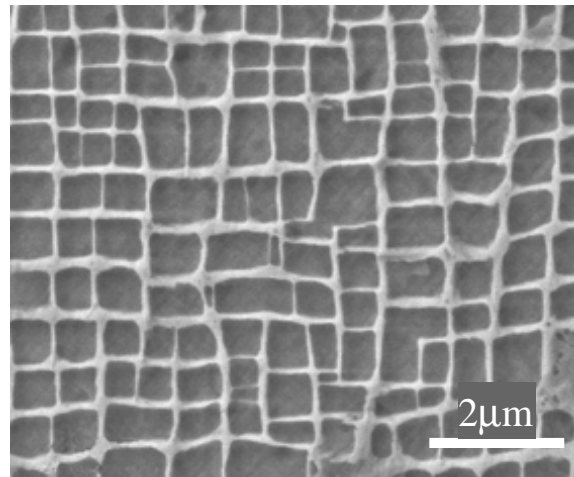
La morphologie cubique des précipités  $\gamma'$  peut être justifiée par une analyse de minimisation d'énergie. Une forte fraction volumique de précipités  $\gamma'$ , initialement sphériques dans la matrice  $\gamma$ , induit des accroissements de contraintes par interactions entre les zones les plus proches. Les espèces

diffusantes migrent alors vers des régions moins contraintes. Un gradient de concentration chimique s'établit autour des précipités toujours sphériques et les espèces  $\gamma'$ -gène sont attirées vers les lieux de précipitation nécessitant le plus petit parcours. En supposant les sphères réparties régulièrement sur un réseau cubique, les zones les plus riches en éléments  $\gamma'$ -gène se trouvent au centre des mailles cubiques et migrent vers les sommets des mailles, formant ainsi les coins des cubes. Cette morphologie cubique et cette disposition des précipités minimisent l'énergie de surface  $\gamma/\gamma'$  car la surface d'un cube est inférieure à la surface d'une sphère inscrivant le cube.

L'AM1 est donc un alliage biphasé constitué d'une matrice  $\gamma$  cubique à faces centrées et d'une phase  $\gamma'$  intermétallique  $\text{Ni}_3(\text{Al,Ti,Ta})$  cubique ordonnée. La température de solidus est particulièrement élevée ( $1310^\circ\text{C}$ ) et la température du solvus de la phase  $\gamma'$  atteint  $1293^\circ\text{C}$ , ce qui la rend particulièrement stable à haute température. La taille des précipités est ajustée entre  $0,4\ \mu\text{m}$  et  $0,5\ \mu\text{m}$ , un tel édifice microstructural présente une résistance élevée au mouvement des dislocations lors d'une déformation plastique.



**Figure I.2:** microstructure dendritique de l'AM1 brut de coulée.



**Figure I.3:** microstructure  $\gamma/\gamma'$  cuboïdaux de l'AM1 après traitements thermiques

#### I.2.1.2. Propriétés physiques

Le module d'Young mesuré à l'Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aéronautique sur l'orientation  $[001]$  en fonction de la température est interpolé par une fonction polynomiale du 4<sup>ème</sup> degré.

$$E_{[001]}(T) = -1,43 \cdot 10^{-7} T^4 + 2,84 \cdot 10^{-4} T^3 - 0,199 T^2 + 17,1 T + 126729 \quad \text{I.1}$$

La représentation graphique de cette fonction est reportée en figure I.7.

L'évolution du coefficient de dilatation est également interpolée par une fonction polynomiale de degré 4. Il apparaît que les différentes orientations cristallographiques ont un comportement très proche. La relation unique que l'on retiendra est l'expression I.2 dont la représentation graphique est reportée en figure I.8.

$$\alpha(T) = -310^{-17}T^4 + 9.10^{-14}T^3 - 8,6.10^{-11}T^2 + 3,6.10^{-8}T + 7,18.10^{-6} \quad \text{I.2}$$

### I.2.1.3. Propriétés mécaniques de l'orientation cristallographique [001]

Les propriétés monotones de l'AM1 ont été mesurées à l'ENSMA selon plusieurs orientations cristallographiques. Nous retiendrons celles relatives à l'orientation [001] que l'on étudie dans ce travail et qui présente par ailleurs la plus haute limite d'élasticité. Ce superalliage conserve de bonnes performances mécaniques, même à très haute température, grâce à la précipitation de la phase  $\gamma$  cuboïdale. La limite d'élasticité et la contrainte de rupture augmentent légèrement entre la température ambiante et 750°C-800°C. Le matériau peut être considéré comme élastique parfaitement plastique mais la déformation est localisée dans des bandes de glissement (Poubanne, 1989).

Au delà de 800°C, les propriétés mécaniques chutent fortement et le comportement devient visco-plastique. L'orientation [001] présente un écrouissage particulièrement marqué et à ces températures, les vitesses de sollicitation influent sur les propriétés (Poubanne, 1989).

L'AM1 est sujet à l'effet Bauschinger qui est l'abaissement de la valeur absolue de la limite d'élasticité en compression consécutive à une traction. L'écrouissage cinématique (figure I.4.i) donne une première approximation mécanique de cet effet en exprimant le déplacement du domaine d'élasticité en translation dans l'espace des contraintes, tout en gardant une amplitude constante. Physiquement, l'effet Bauschinger se traduit par une interaction entre les dislocations et des obstacles à grande distance: l'écrouissage provoqué par une traction résulte du mouvement des dislocations qui interagissent avec les obstacles de la microstructure et qui ont tendance à s'y accrocher et à s'y empiler. L'énergie stockée par ce phénomène est favorable au retour des dislocations à leur source. C'est pourquoi la plasticité en compression sera plus facilement déclenchée après une traction préalable.

L'écrouissage isotrope (figure I.4.ii) est également présent sur l'AM1. Il exprime que la frontière du domaine d'élasticité ne dépend que d'un paramètre scalaire.

En comportement cyclique, les propriétés d'écrouissage de l'AM1 varient au cours des cycles. Lors d'une sollicitation à déformation imposée, l'amplitude de contraintes diminue, traduisant un adoucissement cyclique qui se stabilise en quelques dizaines de cycles. Enfin, lorsque la sollicitation alternée n'est pas symétrique, à contrainte imposée, le comportement présente le phénomène de rochet mécanique, c'est à dire une augmentation progressive de la déformation à chaque cycle.

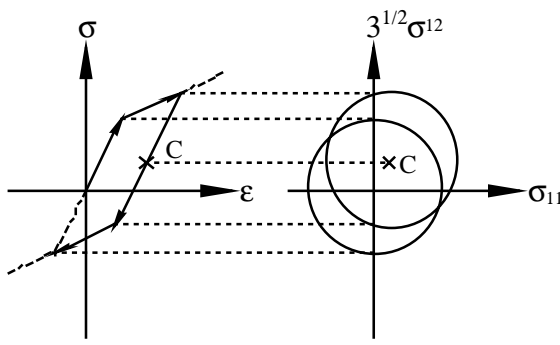


Figure I.4(i): écouissage cinématique

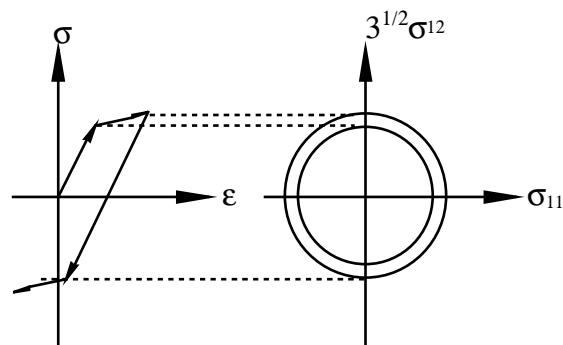


Figure I.4(ii): écouissage isotrope

#### I.2.1.4. Coalescence

La coalescence, étape consécutive à la croissance des précipités  $\gamma'$ , conduit à leur mise en radeau. Nous ne parlerons pas ici d'évolutions morphologiques intermédiaires décrites par Gosh, Olson et Fine (1994).

Pineau (1976) prolongé par Carry, Houis et Strudel (1981) ont montré que le désaccord paramétrique ( $\delta = 2 \frac{a_{\gamma'} - a_{\gamma}}{a_{\gamma'} + a_{\gamma}}$ , où  $a_i$  est le paramètre de maille de la phase  $i$ ) jouait un rôle important dans la mise en radeaux. En particulier son signe, couplé à une sollicitation en tension ou en compression, détermine la direction de coalescence.

Le désaccord paramétrique pour l'AM1 à 1050°C est égal à  $-3,5 \cdot 10^{-3}$  (Fredholm, 1987).

La coalescence sous contrainte, qui nous intéressera particulièrement au chapitre IV, a été largement étudiée par Fredholm (1987), Grosdidier (1992), Doi (1994) et Espié (1996). Ce dernier auteur étudie la coalescence orientée après un traitement thermique de 24h à 1100°C sous contrainte. Une contrainte de traction induit une mise en radeaux dont le plan est normal à l'axe de sollicitation. Une contrainte de compression provoque une mise en radeaux parallèle à l'axe de sollicitation. Il apparaît que la contrainte qui gouverne ces évolutions est la superposition des interactions entre précipités voisins, des contraintes dues au désaccord paramétrique et de l'état de contrainte local causé par la contrainte appliquée.

La coalescence de l'AM1 sera précisée dans cette étude en présence de la barrière thermique après des essais de fatigue oligocyclique isotherme à 1100°C présentés au chapitre IV.

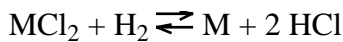
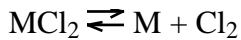
#### I.2.2 L'aluminiure C1A

SNECMA utilise actuellement un revêtement élaboré par chromisation puis aluminisation de la surface du substrat. Ce revêtement dit C1A est déposé par un procédé de cémentation en caisse basse activité incorporé dans la gamme de traitements thermiques du substrat (voir au paragraphe I.2.4).

Certaines parties de cette étude ont été conduites sur l'AM1 revêtu par l'aluminiure C1A, principalement à des fins comparatives.

### I.2.2.1. La cémentation en caisse basse activité

Le procédé de cémentation en caisse basse activité, présenté par Duret , Davin, Marijnessen et Pichoir (1985) ainsi que Goward et Boone (1988). consiste à placer le substrat dans une enceinte semi-perméable contenant une poudre du métal à déposer et un halogène volatil à la température du traitement. L'activité du métal d'apport est ajustée par la composition de la poudre. Un halogène métallique est formé en accord avec les équilibres chimiques suivants:



Lorsque l'activité du métal d'apport est faible, l'élément de base du substrat diffuse préférentiellement à travers le revêtement en cours de formation. La surface initiale de l'échantillon n'est pas l'interface revêtement/substrat mais se trouve dans le revêtement qui se subdivise lui-même en deux couches distinctes, de part et d'autre de la surface initiale.

### I.2.2.2. Le procédé C1A

L'exécution de deux traitements successifs, chromisation puis aluminisation, par cémentation en caisse basse activité permet de combiner les propriétés des deux revêtements (Gaujé, Morbioli, 1983).

#### *I.2.2.2.1. L'aluminisation par diffusion*

Le procédé décrit de manière générale dans le paragraphe I.2.2.1. est légèrement modifié par la SNECMA qui utilise du fluorure d'ammonium  $\text{NH}_4\text{F}$  anhydre comme gaz activateur. Il est mis en oeuvre avec un donneur Cr-Al (70-30), à la température de 1050°C pendant 5 heures. C'est le procédé APVS (Aluminisation en phase vapeur SNECMA).

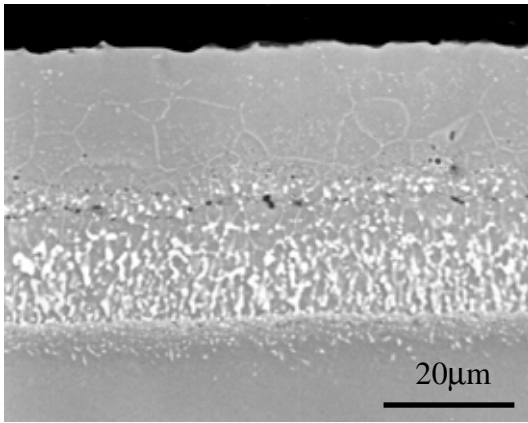
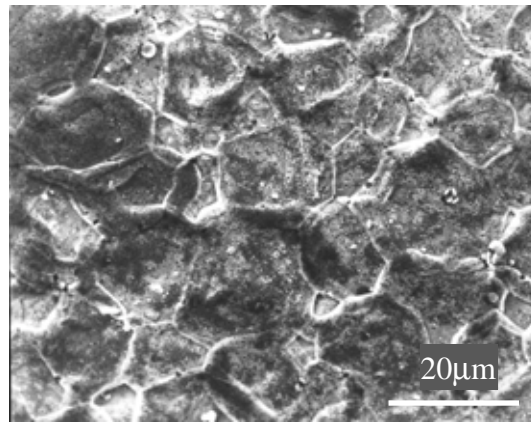
#### *I.2.2.2.2. La chromisation*

Dans les températures moyennes, entre 700 et 850°C, lorsque le milieu est contaminé par le soufre et les embruns salins, la chromisation permet d'augmenter la protection de l'alliage. Cette étape est particulièrement indiquée pour les alliages base nickel alumino-formeurs tel que l'AM1 dont les bonnes propriétés mécaniques à chaud ont été obtenues notamment par la diminution de la teneur en chrome.

Le procédé APVS peut se transposer à la chromisation avec un donneur de chrome pur et un gaz activateur de chlorure d'ammonium  $\text{NH}_4\text{Cl}$ .

La microstructure de la protection C1A est visible en coupe sur la figure I.5 et en surface sur la figure I.6.



**Figure I.5:** microstructure en coupe du revêtement C1A**Figure I.6:** microstructure en surface d'un dépôt C1A

La couche externe, située au-dessus de la surface initiale du substrat est l'aluminiure de nickel NiAl en phase  $\beta$  de structure cubique centrée. Une analyse à la microsonde de Castaing montre que la composition de cette phase est variable par rapport à la stoechiométrie, la teneur en aluminium diminuant sensiblement de la surface (40% at.) jusqu'à la couche interne (38% at.).  $\beta$ -NiAl contient du chrome et du cobalt en solution solide saturée à des concentrations de l'ordre de 3% at. Les grains ont une forme globalement hexagonale en surface et on trouve au moins deux épaisseurs de grains en coupe.

La couche interne contient des précipités riches en chrome, cobalt, molybdène, titane, tantale et tungstène dans une matrice de composition identique à la couche externe. La chromisation qui précède l'aluminisation confère à cette couche le rôle de réservoir à chrome, selon la dénomination de Mevrel, Duret et Pichoir (1986). Goward et Boone (1971) ont également évoqué la présence de phases  $\sigma$  sur un substrat d'UDIMET 700. La matrice de cette couche est formée par pompage du nickel du substrat  $\gamma$ - $\gamma'$  vers la couche externe.

### I.2.2.3. Propriétés

Les propriétés physiques et mécaniques issues de la bibliographie seront présentées au paragraphe I.2.3.1.3 consacré également à l'aluminiure CN22 qui constitue la sous-couche de la barrière thermique. A défaut de mesures expérimentales explicites, les propriétés des aluminiures issues de la bibliographie seront utilisées indifféremment pour C1A et CN22 sauf en cas de mention explicite.

### I.2.3. La barrière thermique

Afin de réduire la température du métal de l'aube on a recours à un refroidissement interne des aubes d'une part et à une protection céramique déposée sur le revêtement anti-oxydation qui joue alors le rôle de sous-couche de la barrière thermique d'autre part. Outre son rôle de protecteur contre l'oxydation et la corrosion, cette couche est indispensable à un autre titre: elle contribue à accommoder les contraintes différentielles entre la céramique et le substrat dues en grande partie à la différence de coefficients de dilatation de ces deux matériaux. Berndt et Herman (1983) ont conduit une étude comparative en fatigue thermique avec une barrière thermique possédant ou non une sous-couche. Au cours d'un cycle thermique, ils ont noté une diminution considérable du nombre d'événements d'émission acoustique en présence d'une sous-couche.

### I.2.3.1. La couche d'accrochage CN22

Les températures d'entrée de turbine de plus en plus élevées et la diminution des épaisseurs de paroi des aubes pour l'application des systèmes de refroidissement interne exigent des couches protectrices plus stables face à la diffusion.

La couche d'accrochage utilisée dans cette étude est un aluminure de nickel modifié par le platine, d'une épaisseur de 50µm environ. Dérivée d'un dépôt développé par Lehnert et Meinhard (1972), il est appelé CN22. Il est élaboré par dépôt électrolytique de platine suivi de l'aluminisation en caisse basse activité.

#### *I.2.3.1.1. Composition*

La sous-couche CN22, comme le revêtement C1A, présente deux zones. La zone externe est biphasée et composée par l'intermétallique Ni(Al, Pt) en phase  $\beta$  cubique et par le composé défini  $\text{PtAl}_2$  de structure C1. La couche interne est une matrice de Ni(Al, Pt) contenant des précipités intermétalliques riches en éléments lourds, insolubles dans l'aluminure de nickel.

Alpérine, Steinmetz, Josso et Costantini (1989) précisent que le caractère biphasé de la couche externe est un inconvénient car le composé défini  $\text{PtAl}_2$  est fragile.

Des précisions sur la composition chimique de CN22 figurent dans le paragraphe I.3.2.1 qui compare, par des analyses que nous avons effectuées à la microsonde de Castaing, le revêtement à l'état brut et après une oxydation statique à 1100°C.

#### *I.2.3.1.2. Rôle du platine*

Le choix du platine est motivé par le désir de constituer une barrière de diffusion pour l'aluminium qui a tendance à diffuser dans le substrat en service à haute température, ce qui peut affaiblir la section de l'aube par création de lacunes. Cet effet peut être dramatique dans le cas d'aubes à parois minces lorsqu'un refroidissement interne est souhaité. D'après Lehnerdt et Meinhardt (1972), le platine possède une bonne solubilité dans le substrat, un rayon atomique très supérieur à celui de l'aluminium pour obstruer sa diffusion vers le substrat, un haut point de fusion qui évite la formation d'eutectiques et une bonne résistance à l'oxydation à haute température.

Goebel, Barkalow et Pettit (1979) ajoutent que le platine peut également être utilisé pour limiter la corrosion par des composés du soufre.

#### *I.2.3.1.3. Propriétés physiques et mécaniques*

Rusovic et Warlimont (1979) résument les propriétés élastiques, en fonction de la température, la vitesse de refroidissement et la stoechiométrie, de monocristaux d'aluminure de nickel. Wasilevski (1966) a également étudié l'influence de l'orientation et il met en évidence le facteur d'anisotropie  $A=2C_{44}/(C_{11}-C_{12})$ , où  $C_{ij}$ ,  $(i,j) \in [1,3]^2$  sont les coefficients du tenseur d'élasticité. L'importance de ce facteur d'anisotropie augmente à haute température mais il dépend toujours fortement de la stoechiométrie.

L'aluminure de nickel polycristallin a été étudié après de nombreux modes d'élaboration ce qui paraît être le facteur prépondérant, bien plus important que la composition.

De nombreuses expressions analytiques sont indiquées par Noebe, Bowman et Nathal (1993) ainsi que Wasilevski (1966) pour le polycristal mais le cas de l'aluminiure en couche mince n'est pas traité dans la bibliographie. Dans le cas de C1A, des mesures surfaciques ont été obtenues par Chataigner (travaux internes non publiés) par la technique de nano-indentation à température ambiante. L'évolution du module d'Young en fonction de la température est ensuite supposée suivre la tendance proposée par Rusovic et Warlimont (1979), ce qui donne l'expression I.3 représentée graphiquement sur la figure I.7.

$$E(T) = -7,26.10^{-6}T^3 + 1,25.10^{-2}T^2 - 10,6T + 155628 \quad \text{I.3}$$

On considérera que cette expression est valable dans toute l'épaisseur du revêtement, incluant la sous-couche interne et la sous-couche externe. En toute rigueur, de nombreuses corrections devraient être apportées. Il faudrait tenir compte d'une part de l'hétérogénéité chimique de la sous-couche interne et d'autre part d'une éventuelle anisotropie de croissance des grains dans une direction normale à la surface du substrat. Les écarts de composition chimique par rapport à un alliage binaire, en raison de l'ajout de chrome pour C1A et de platine pour CN22, sont aussi négligés. Enfin, l'évolution de la rhéologie en service, à cause du vieillissement et de l'oxydation, n'est pas non plus prise en compte.

Le coefficient de dilatation thermique a été mesuré pour l'aluminiure de nickel polycristallin par Smeggil (1980) ainsi que Clark et Whittenberger (1984).

Nous utiliserons les valeurs proposées par Smeggil car elles sont les plus pénalisantes pour le calcul des contraintes thermiques. L'expression I.4 nous donne l'évolution du coefficient de dilatation en fonction de la température. Sa représentation graphique est en figure I.8.

$$\alpha(T) = -1,2.10^{-17}T^4 + 3,9.10^{-14}T^3 - 4,7.10^{-11}T^2 + 2,7.10^{-8}T + 7,9.10^{-6} \quad \text{I.4}$$

Rozner et Wazilevski (1966) décrivent l'évolution de la limite d'élasticité par une fonction exponentielle (expression I.5).

$$\sigma_y(T) = a.e^{-\alpha T} \quad \text{I.5}$$

où  $a=0,193$ ;  $\alpha= 5,65.10^{-4}$  pour  $T \in [300K, 873K]$

$a=5,52$ ;  $\alpha= 5,15.10^{-4}$  pour  $T > 873K$

La limite d'élasticité a été étudiée de manière très détaillée par Noebe, Bowman et Nathal (1993), en fonction de la température, de la composition chimique sur monocristaux et polycristaux pour différentes tailles de grain. D'autres études, Schulson et Barker (1983) et Baker, Nagpal, Liu et Munroe (1991), montrent que la limite d'élasticité de NiAl polycristallin obéit à la loi de Hall-Petch (Hall, 1951 et Petch 1953).

$$\sigma_y = \sigma_0 + k.d^{-1/2} \quad \text{I.6}$$

où  $\sigma_y$  est la limite d'élasticité du polycristal;

$\sigma_0$  est la résistance du réseau;

$d$  est la taille moyenne des grains;

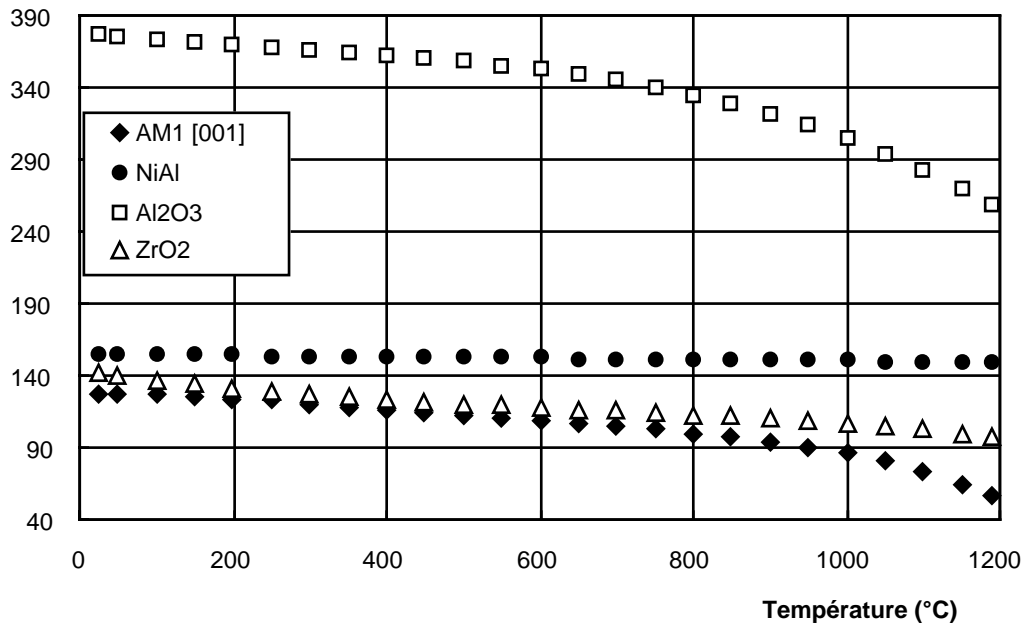
$k$  est la pente de Hall-Petch

$\sigma_0$  et  $k$  sont *minima* lorsque NiAl est stoechiométrique.

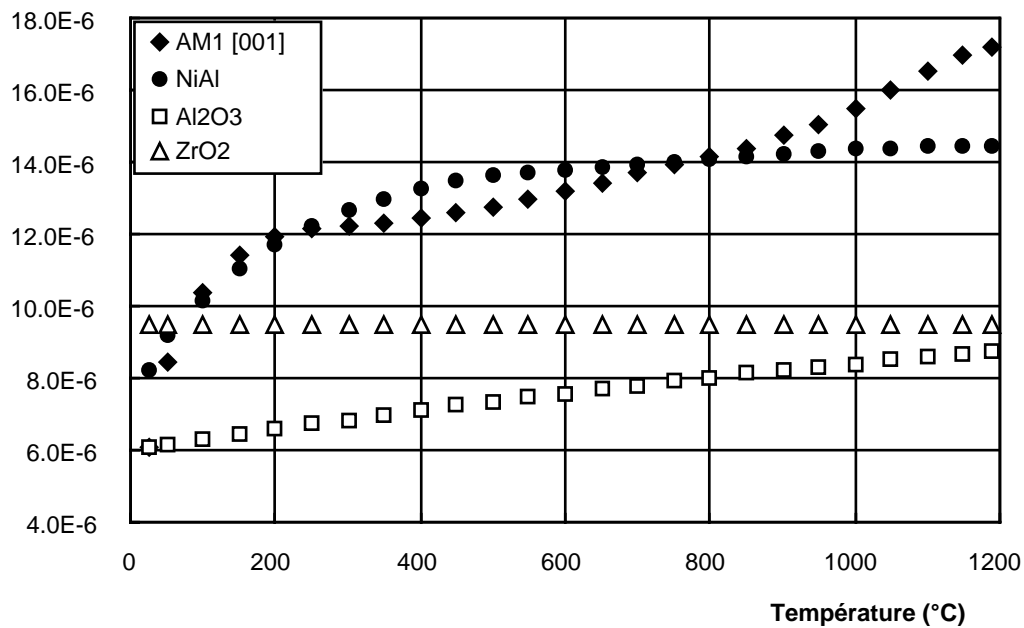
Noebe, Bowman, Culles et Raj (1991) montrent également la fragilité de l'alliage à basse température (en dessous de 500°C) et la forte augmentation de la ductilité au-delà (figure I.9), mettant ainsi en évidence une transition ductile-fragile qui apparaît au début de l'activation de mécanismes thermiquement activés. Pour Bowman, Noebe, Raj et Locci (1992), la diffusion d'espèces aux joints de grains est le mécanisme principal qui permet l'accommodation de déformations. Cependant, la montée des dislocations, le glissement des joints de grains et éventuellement l'activation de systèmes de glissement secondaires peuvent également y contribuer. A basse température ( $T < 0,45T_f$ ) les phénomènes de diffusion sont bloqués et les systèmes de glissement secondaires ne sont jamais activés dans les grains. Il en résulte une rupture intergranulaire du polycristal de NiAl due à l'incompatibilité des déformations aux joints de grains.

Pour Noebe, Bowman, Culles et Raj (1991), l'influence de la taille de grains sur la limite d'élasticité est faible dans le cas de NiAl stoechiométrique et forte pour NiAl non stoechiométrique. Cette influence diminue cependant avec la température et devient négligeable au-delà de 800°C. Lorsque l'aluminiure de nickel contient des éléments d'alliage, comme dans le cas des dépôts C1A et CN22, la tendance est encore différente. Bowman, Noebe, Raj et Locci (1992), établissent pour NiAl-0,05Zr qu'il existe une taille de grain critique au-delà de laquelle la limite d'élasticité n'est plus influencée. Whittenberger (1987) établit l'influence de la taille de grains sur les propriétés de fluage de NiAl. Le fluage à vitesse de déformation élevée ne dépend pas de la taille de grain tandis que le fluage à faible vitesse de déformation est facilité par une faible taille de grain.

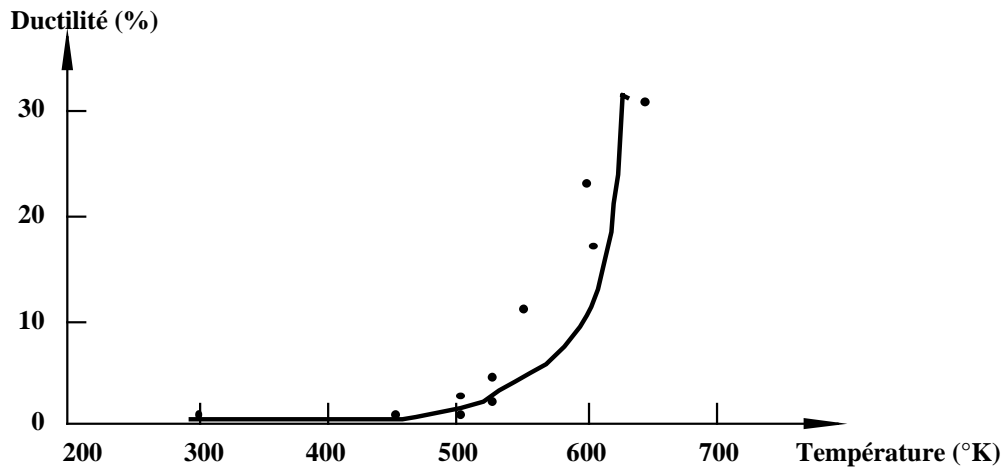
Il est important de garder à l'esprit que ces mécanismes sont établis pour des polycristaux massifs de NiAl. Dans le cas des aluminiures en couches minces, les mécanismes de rupture sont légèrement différents, comme on le verra au chapitre II.



**Figure I.7 :** évolution du module d'Young de l'AM1 (d'après ENSMA), de l'aluminium de nickel (d'après Rusovic *et al*, 1979), de l'alumine (d'après Samsonov 1973) et de la zircone (d'après Samsonov 1973) avec la température.



**Figure I.8 :** évolution du coefficient de dilatation thermique de l'AM1 (d'après ENSMA), de l'aluminium de nickel (d'après Smeggil, 1980), de l'alumine (d'après The Smithells Handbook) et de la zircone (d'après SNECMA) avec la température.



**Figure I.9:** influence de la température sur la ductilité en traction de NiAl polycristallin extrudé (d'après Noebe, Bowman, Cullers et Raj, 1991)

Les propriétés visco-plastiques utilisées dans ce travail en l'absence d'une mention explicite ont été établies par Whittenberger (1988). D'autres auteurs, Wasilevski, Butler et Hanlon (1967) proposent des expressions proches.

La loi retenue est identifiée pour des essais de fluage en compression sur un polycristal de 17  $\mu\text{m}$  de taille de grain et de stoechiométrie voisine (Ni bal.-49,2 Al) de celle des aluminures C1A et CN22. La vitesse de déformation plastique en fluage secondaire entre 1100K et 1300K est donnée par une loi de Norton décrivant une viscoplasticité parfaite sans écrouissage et domaine d'élasticité:

$$\dot{\epsilon}_p = \left( \frac{\sigma}{K(T)} \right)^n \quad \text{I.7}$$

$$K(T) = \left[ B e^{-Q/RT} \right]^{1/n}$$

où  $n=6,58$ ;  $B=9,62 \cdot 10^{-4} \text{ MPa}^{-n} \cdot \text{s}^{-1}$ ;  $Q=287,7 \text{ kJ/mol}$ .

Cette loi sera confrontée, au paragraphe II.3, à une loi obtenue grâce à une procédure expérimentale. Nous l'utiliserons pour les calculs du chapitre V en la généralisant par une loi d'Odqvist tridimensionnelle (annexe 8).

Les lois viscoplastiques obtenues sur les aluminures sont identifiées par des essais en compression, faisant ainsi intervenir le fluage primaire et secondaire uniquement. Noebe, Bowman et Nathal (1993) indiquent qu'un stade tertiaire apparaît en traction mais qu'il a été très peu étudié.

### I.2.3.2. La couche céramique

La céramique utilisée dans la barrière thermique de l'étude est la zircone ( $\text{ZrO}_2$ ) partiellement stabilisée par 8% en masse d'oxyde d'Yttrium ( $\text{Y}_2\text{O}_3$ , yttrine) élaborée par Electron Beam Physical Vapor Deposition (EBPVD).

### 1.2.3.2.1. Procédé de dépôt EBPVD

La technique d'élaboration d'un revêtement de céramique la plus répandue en Europe est la projection plasma. La céramique présente alors une microstructure poreuse, en plaquettes, résultant de l'agglomération des particules de zircone arrivant en phase liquide sur la pièce. La résistance de ce dépôt, dans les conditions de fatigue anisotherme en service, s'avère souvent insuffisante.

Le procédé de dépôt physique en phase vapeur par faisceau d'électrons (EBPVD - Electron Beam Physical Vapor Deposition), utilisé dans cette étude, a été développé aux Etats-Unis dans les années 1980 et décrit par Boone (1986) ainsi que Lämmermann et Kienel (1991). Un faisceau d'électrons, émis par un filament chauffé, est dirigé, en particulier au moyen d'un champ magnétique, vers le matériau à déposer, en l'occurrence ici un barreau de zircone yttrée. Les espèces évaporées se condensent sur le substrat préchauffé entre 960°C et 980°C et placé en regard de la source, elle aussi préchauffée.

Cependant, le dépôt peut présenter une hétérogénéité de composition si les paramètres de dépôt ne sont pas maintenus parfaitement constants au cours de l'opération. En particulier, il faut contrôler rigoureusement la température de la cible et de la source, ce qui est ardu dans le cas d'un dépôt de zircone yttrée car la température de fusion très élevée de cette espèce oblige à travailler à la limite de puissance des faisceaux d'électrons, rendant la régulation de température délicate. Un autre paramètre important est le contrôle des pressions partielles des constituants dans l'enceinte qui obéissent à la loi de Raoult.

### 1.2.3.2.2. Stabilisation de la zircone par l'yttrine

La structure cristalline de la zircone  $\text{ZrO}_2$  pure, à température ambiante, est monoclinique. Elle subit des transformations de phase aux températures de transition suivantes:

monoclinique  $\xrightarrow{950^\circ\text{C} - 1170^\circ\text{C}}$  quadratique  $\xrightarrow{2370^\circ\text{C}}$  cubique  $\xrightarrow{2680^\circ\text{C}}$  fusion

La transformation monoclinique  $\rightarrow$  quadratique est une transformation de type martensitique, c'est à dire displacive (Lelait, 1991). La transition de phase est du premier ordre et sans diffusion. La transformation est brutale, le front de transformation se propageant à une vitesse voisine de la vitesse du son et la croissance est due à un mouvement coordonné des atomes s'assimilant à un cisaillement. Le paramètre de réseau varie brusquement lors de la transformation, s'accompagnant d'une contraction au chauffage et d'une dilatation au refroidissement de 3 à 6%. Dans le cas des zircons monolithiques, les déformations engendrées par la dilatation sont accommodées par une microfissuration mais lorsque la zircone est utilisée en revêtement, la transformation peut conduire à la ruine de la barrière thermique.

Pour éviter ce phénomène, on a recours à la stabilisation partielle ou totale de la zircone à l'aide d'oxydes de terres rares,  $\text{CeO}_2$  ou  $\text{La}_2\text{O}_3$ , de l'yttrine  $\text{Y}_2\text{O}_3$  ou de composés plus économiques tels que  $\text{MgO}$  ou  $\text{CaO}$ . La stabilisation partielle consiste à diminuer la température de changement de phase pour maintenir la céramique dans un état métastable.

Kaysser, Peters, Fritscher et Schultz (1997) exposent l'influence du type d'oxyde stabilisant et de sa teneur dans la zircone sur la tenue de la céramique d'une barrière thermique en cyclage thermique. Il apparaît que la zircone partiellement stabilisée par l'yttrine est le revêtement le plus stable pour de longues périodes de cyclage thermique. Il est nécessaire d'introduire 17% d'yttrine pour obtenir une stabilisation totale mais la stabilisation partielle par 6 à 8% d'yttrine suffit à maintenir la phase cubique stable jusqu'à la température ambiante (Rhys-Jones, Toriz 1989).

Dans des conditions d'oxydation simple, la fonction essentielle de la barrière thermique est la réduction de la température du métal. Cependant, en service, les barrières thermiques sont plongées dans une atmosphère corrosive contenant l'oxyde de soufre  $\text{SO}_3$ . L'yttrine  $\text{Y}_2\text{O}_3$  est susceptible de réagir avec l'oxyde de soufre pour donner un composé sulfaté. La perte d'yttrine risque de provoquer la transformation en phase monoclinique accompagnée de son augmentation de volume préjudiciable (Hancock, 1985).

#### *1.2.3.2.3. Microstructure du dépôt céramique*

Unal, Mitschell et Heuer (1994) montrent par la microscopie électronique en transmission que la croissance de la zircone se fait de manière équiaxe dans un premier temps, proche de la surface de la sous-couche, puis des colonnettes croissent perpendiculairement à la surface selon la direction cristallographique [001]. Chaque colonne de zircone yttrée est un monocristal.

Les procédés de dépôt des couches céramiques de barrières thermiques provoquent une trempe rapide depuis la phase liquide, par solidification des particules de zircone dans le procédé plasma, ou par condensation des atomes dans le procédé EBPVD. Une phase métastable de structure tétragonale est obtenue à température ambiante par le biais d'une transformation displacive. Cette phase tétragonale est difficilement séparable d'une phase cubique par la microscopie électronique en transmission (Lelait, Alpérine, 1991).

Les figures I.10 et I.11 sont des micrographies en coupe de la barrière thermique et de sa surface. Les sommets des colonnes de zircone ont la morphologie de cuspides.

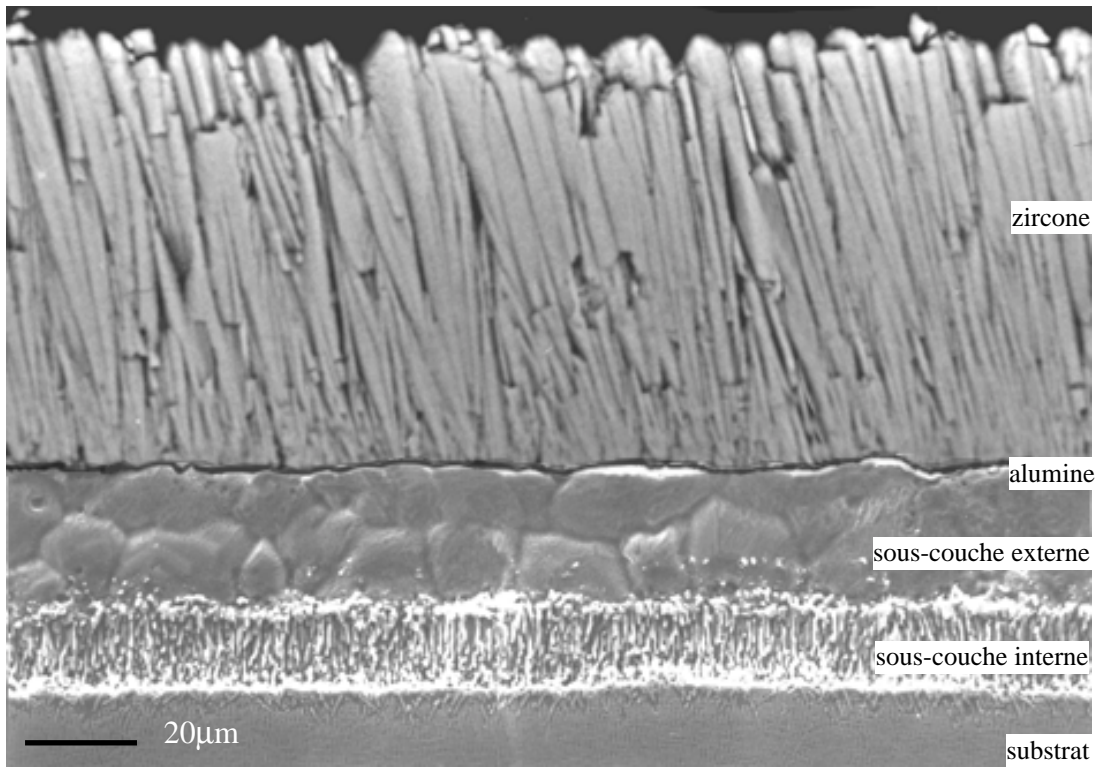
La méthode de préparation des échantillons de barrière thermique est présentée en annexe 1.

#### *1.2.3.2.4. Propriétés*

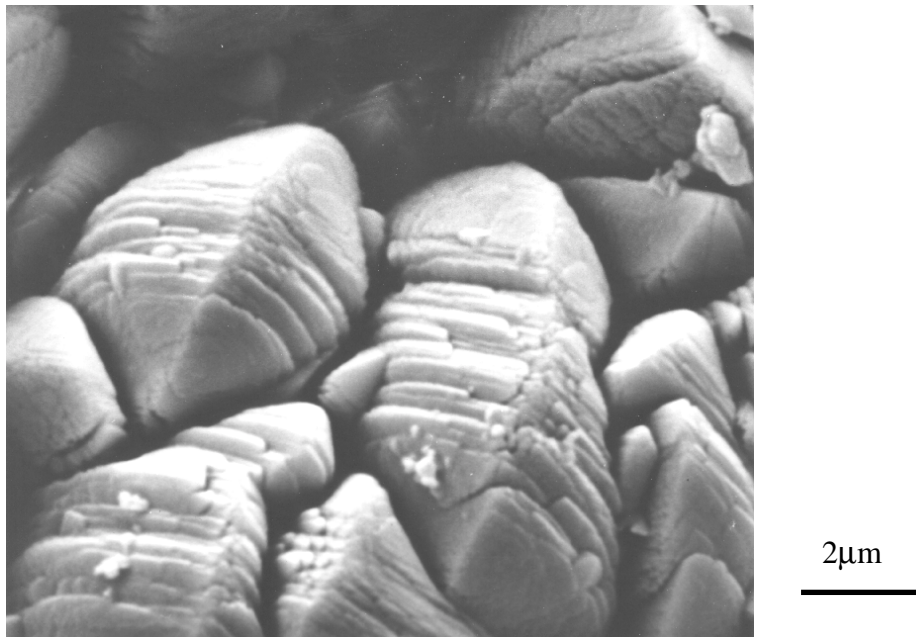
La porosité est localisée essentiellement dans la zone intercolonnaire. De ce fait, bien que la zircone yttrée massive possède un module d'Young de l'ordre de 200GPa, les déformations dans le plan de l'interface peuvent être remarquablement bien accommodées par la faible complaisance du dépôt dans une direction parallèle aux interfaces entre les couches.

Une des propriétés physiques la plus déterminante dans le choix d'un système barrière thermique est sa faible conductivité thermique dont la valeur permettra d'assurer plus ou moins bien le rôle d'écran thermique. Cet aspect est étudié par Alpérine, Derrien, Jaslier et Mévrel (1997). La réduction de la conductivité thermique passe par des modifications chimiques qui incorporent des défauts ponctuels (lacunes ou cations en substitution) mais qui déstabilisent la zircone. Il est également possible de jouer sur les propriétés optiques de la surface pour obtenir une réflexion radiative maximale et sur la morphologie des colonnes pour minimiser le transfert de chaleur perpendiculaire à l'interface.





**Figure I.10 :** microstructure de la barrière thermique en coupe attaquée à l'eau régale (33% vol.  $\text{HNO}_3$ , 66% vol.  $\text{HCl}$ ).



**Figure I.11:** sommet des colonnes de zirconie à la surface de la barrière thermique.

Nous retiendrons les valeurs de conductivité thermique proposées par Alperine *et al* (1997) pour la zircone partiellement stabilisée par 8% en masse d'yttrine dans le tableau I.3.

Température (°K)	Conductivité thermique (W/mK)
300	1,5
1300	1,3

**Tableau I.3:** conductivité thermique de la zircone partiellement stabilisée par 8% en masse d'oxyde d'yttrium.

Le coefficient de dilatation thermique est constant dans la plage de température allant de 25°C à 1100°C et vaut  $9,5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  (données SNECMA).

Enfin le module d'Young qui sera utilisé dans les calculs a été mesuré sur la zircone massive partiellement stabilisée par 5% en masse de CaO. L'évolution du module en fonction de la température est donnée par l'expression I.8 (Samsonov, 1973).

$$E(T) = -4 \cdot 10^{-8} T^3 + 8 \cdot 10^{-5} T^2 - 0,077 T + 143,6 \quad \text{I.8}$$

Les évolutions du module d'Young et du coefficient de dilatation sont reportées respectivement sur les figures I.6 et I.7. D'autres valeurs de module sont données par Meier, Nissley et Sheffler (1991).

Les propriétés physiques qui ont été données ci-dessus sont établies pour la zircone partiellement stabilisée massive. Or le procédé de dépôt EBPVD de la couche de céramique de la barrière thermique lui confère une microstructure en colonnes qui doit donner une très forte anisotropie des propriétés. La couche de céramique peut être considérée comme orthotrope avec un axe d'orthotropie selon la direction [001] des colonnes, perpendiculaire à la surface du métal. En raison de la porosité intercolonnaire, le module d'élasticité de la couche est probablement plus faible que celui qui est prédit par l'expression I.8. Dans la direction principale d'orthotropie, les colonnes peuvent glisser tandis que dans la direction normale, les vides peuvent se comprimer et s'accompagner d'un frottement entre les colonnes.

Il n'est donc pas évident que le comportement soit linéaire pour plusieurs raisons:

- le frottement entre les colonnes est un processus dissipatif qui entraîne un comportement hystérésique;
- le comportement en compression dépend des propriétés de la zircone, du taux de porosité et des propriétés de frottement alors que le comportement en traction dépend également de l'adhésion entre deux colonnes. En l'absence d'un processus dissipatif, il pourrait en résulter un comportement bilinéaire.

#### **I.2.4. Traitements thermiques appliqués aux matériaux**

L'AM1 nu est soumis dans un premier temps à un traitement de remise en solution des précipités  $\gamma$  et d'homogénéisation des éléments chimiques de la matrice (T1).

Cette étape est suivie par deux traitements intitulés G1 et G2, destinés à simuler les deux phases de brasage permettant de fixer des plaquettes d'obturation sur les aubes. G2 simule le brasage des plaquettes sous le pied de sapin et G1 le brasage à l'opposé.

A la suite de ces trois traitements thermiques on procède à l'usinage des éprouvettes.

Après l'usinage, les éprouvettes seront revêtues ou laissées nues et il est alors souhaitable d'aboutir dans les deux cas à une microstructure du substrat similaire. Un revenu va permettre d'ajuster la taille des précipités.

Pour l'AM1 laissé nu, le temps de revenu R1, qui permet d'obtenir la taille adéquate, est évalué à l'aide de la loi LSW (Lifschitz, Slyozov, Wagner, 1961). Par contre, lorsque l'on réalise un dépôt, les paramètres du revenu R1 doivent tenir compte des conditions de dépôt cumulées afin de retrouver la même microstructure qu'à l'état nu, en fin de traitement.

Enfin, un dernier revenu de vieillissement, intitulé R2, est effectué sur toutes les pièces. Il permet aux précipités de croître.

Le tableau I.4 présente le détail des traitements effectués sur le matériau nu et revêtu.

AM1 nu et AM1-C1A		AM1-CN22-CN33	
Trempe T1	1300°C/3h sous argon	Sablage AM1	
Brasage G1	1180°C/15min vide	Electrolyse de Pt	
Brasage G2	1100°C/30min argon	Revenu 1	1100°C/1h vide
	Usinage	Aluminisation	1100°C/5h
Revenu R1 ou dépôt C1A	1100°C/5h argon ou 1050°C 5h puis 10h argon	Sablage	
Revenu R2	870°C/16h vide	Dépôt ZrO <sub>2</sub> EBPVD	
		Revenu 2	1100°C/1h vide
		Revenu 3	700°C/30min air
		Revenu R2	870°C/16h vide

**Tableau I.4:** traitements thermiques des éprouvettes.

## **I.3. Evolution de la barrière thermique en oxydation statique**

### **I.3.1. La liaison céramo-métallique**

#### **I.3.1.1. La couche d'oxyde**

La liaison entre la sous-couche et la céramique est assurée par une couche d'alumine issue de l'oxydation de la sous-couche. De manière générale, la cinétique de croissance d'une couche d'oxyde est rapide dans un premier temps et ralentie ensuite. En supposant que la céramique de la barrière thermique soit déposée sur la sous-couche nue, les premiers instants de la croissance de l'alumine auraient lieu en milieu confiné. Il semble naturel qu'une croissance endomorphique génère plus de contraintes qu'une croissance exomorphique. Le système serait donc fortement contraint dès les premiers instants de service. Pour atténuer cet effet, la couche d'alumine est développée volontairement avant le dépôt de céramique. Lorsque le système s'oxyde ensuite en service, la cinétique d'oxydation se trouve déjà dans une phase plus lente.

Le mécanisme de croissance des couches d'oxyde dépend beaucoup des conditions d'oxydation et de la nature des systèmes. De manière générale, la croissance d'une couche d'oxyde située entre un métal et un gaz résulte de la diffusion de défauts dans sa microstructure. La diffusion peut avoir lieu par échange entre des ions et des lacunes électriquement chargées ou par échange interstitiel. Le site où se produira la réaction d'oxydation (interface métal/oxyde, interface oxyde/gaz ou intra-oxyde) est donc déterminé par l'ion qui diffuse le plus rapidement dans l'alumine. Mais la diffusion d'un ion dépend également des autres espèces diffusantes. En effet, le mouvement d'un défaut isolé (cation, anion, électron, lacune) crée un gradient de charge qui est compensé par le mouvement des autres défauts pour conserver la neutralité locale. C'est le principe de la théorie de Wagner (1951) qui postule que les flux diffusifs d'espèces chargées se compensent.

En outre, il existe souvent des chemins de diffusion préférentiels dans la couche d'oxyde tels que les joints de grains, des dislocations intragranulaires ou encore des microfissures (Smelzer, Haering, Kirkaldy, 1961). Pint, Martin et Hobbs, (1993) et Quadakkers, Holzbrecher, Briefs et Besk (1989) montrent que la diffusion de l'aluminium et de l'oxygène dans la couche d'alumine a lieu préférentiellement dans les joints de grains. Le site où se produit la réaction d'oxydation, c'est à dire l'activation d'un mécanisme de croissance anionique, cationique ou même mixte en raison de raccourcis de diffusion (Rhines et Wolf, 1970) dépend de nombreux facteurs tels que la température, la pression, les contraintes locales dans les couches, qui tous ont une influence sur la plus ou moins grande facilité que les espèces chimiques auront pour diffuser à travers la couche déjà formée. La figure I.12 explicite les mécanismes d'oxydation anionique, cationique et mixte.

Dans le cas de sous-couches MCrAlY alumino-formeuses intégrées dans la composition de barrières thermiques, Alpérine et Lelait (1992) observent la présence de zirconium dans la couche d'alumine et l'expliquent par la réduction de la zircone par l'aluminium pour des temps d'oxydation très longs. Un mécanisme d'oxydation cationique pourrait donc intervenir dans la croissance de la couche. Cependant, la nature duplexe de la couche qui présente des petits grains équiaxes côté zircone et des grains d'alumine en phase  $\alpha$  (variété allotropique stable rhomboédrique  $D5_1$ ) qui peuvent devenir colonnaires côté sous-couche, serait plutôt due à un mécanisme de croissance anionique. Les deux mécanismes existent donc lors de la formation de l'alumine et Evans (1995) montre que l'importance relative des mécanismes d'oxydation est modifiée lorsque la contrainte locale dans les couches varie. Le cas le plus complexe peut survenir dans le cas d'une sollicitation mécanique anisotherme où il est possible de changer plusieurs fois de mécanisme d'oxydation au cours d'un cycle.

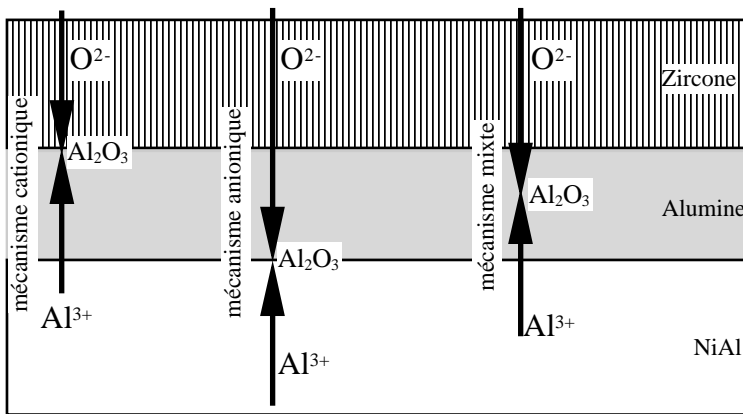


Figure I.12: mécanisme cationique, anionique et mixte dans la formation de l'alumine.

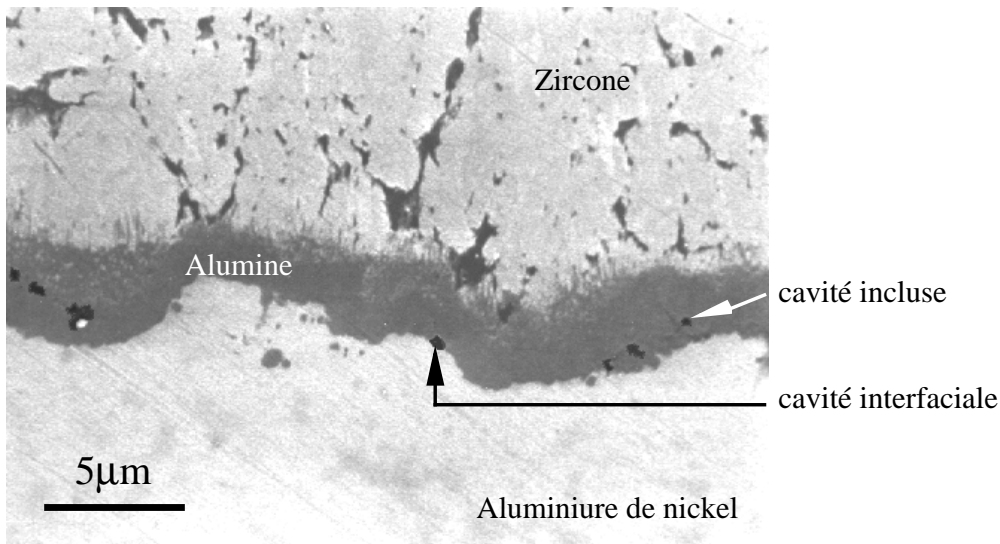
La morphologie de la couche d'alumine dépend de la composition de la sous-couche et du substrat. Beaucoup d'auteurs ont étudié l'oxydation de sous-couches de type MCrAl ou MCrAlY (Lee et Sisson 1994, Pint 1997, Evans Strawbridge Carolan et Ponton 1997). La couche d'oxyde formée contient de l'alumine mais aussi des oxydes formés lors des premiers stades de l'oxydation, localisés à l'interface avec la sous-couche.

Pint (1997), Smialek (1996) ainsi que Lelait, Alpérine et Mévrel (1990) ont examiné la structure de la couche d'oxyde sur des écailles et ont mis en évidence sa nature duplexe. Elle se compose d'une couche de petits grains equiaxes adjacente à l'interface avec la céramique et d'une couche de grains plus gros du côté de la sous-couche. Ces derniers grains sont plus allongés, perpendiculairement à l'interface et peuvent même prendre une morphologie colonnaire pour certains systèmes.

Hindam et Smelzer (1980) ont oxydé l'aluminiure de nickel polycristallin  $\beta$ -NiAl pendant cinq minutes à 1000°C et ont utilisé la spectroscopie Auger pour localiser des marqueurs de palladium pendant le traitement. Il s'avère que l'alumine formée pendant les premières minutes d'oxydation est une alumine métastable  $\gamma$  (type H1<sub>1</sub>) formée par un mécanisme principalement anionique. Pour ces auteurs, un temps d'oxydation de cinq minutes n'est pas suffisant pour que la transformation de la phase  $\gamma$  en  $\alpha$  (type D5<sub>1</sub>), variété allotropique stable, puisse avoir lieu. Le changement de phase a lieu ultérieurement et s'accompagne d'une augmentation de volume.

Lelait, Alpérine et Mévrel notent la présence d'une fine porosité intergranulaire de quelques nanomètres pour l'oxydation d'une sous-couche de type MCrAlY. Elle peut s'expliquer par la croissance et la coalescence des grains qui n'occupent pas tout l'espace disponible laissant ainsi des espaces vacants. Ce mécanisme est classique dans le frittage des céramiques.

Outre la forte densité de micropores intergranulaires, il existe des cavités de taille plus importante, supérieure au micromètre, incluses dans la couche d'alumine ou localisées à l'interface avec la sous-couche. La figure I.13 montre un exemple de ces deux types de cavités observées sur une coupe polie d'un échantillon plan oxydé pendant 64h à 1100°C. Les cavités observées en oxydation statique sur des échantillons plans restent cependant peu nombreuses et de petite taille même pour des temps d'oxydation longs.



**Figure I.13:** couche d'alumine développée après une oxydation statique de 64h à 1100°C de la barrière thermique déposée sur un substrat plan.

### I.3.1.2. Rôle de l'élément soufre du substrat dans la formation des cavités

Les cavités interfaciales ou incluses sont des éléments importants dans la tenue mécanique de la barrière thermique à deux titres: elles sont la source de concentration de contraintes qui peuvent fissurer la couche d'alumine ou délaminer l'interface; elle affaiblissent la surface de contact entre la couche d'alumine et la sous-couche rendant ainsi son adhérence plus précaire. De plus, les conditions de sollicitations appliquées aux éprouvettes dans les chapitres III et IV conduiront à de fortes densités de cavités et cet aspect sera quantifié ultérieurement. Dans ce chapitre, nous nous limitons à des considérations qualitatives dans le but d'expliquer les évolutions possibles des cavités pendant les essais.

La présence de cavités interfaciales ou incluses semble très liée à la teneur en soufre contenu dans l'AM1. Celle-ci n'est que de 3 parties pour mille (en masse) et pourtant, les données bibliographiques montrent que cette teneur est suffisante pour perturber la résistance interfaciale entre un alliage alumino-formeur déposé sur l'AM1 et l'oxyde formé.

Smialek (1996) a comparé la résistance en oxydation cyclique de systèmes constitués par un superalliage base nickel revêtu d'un alumino-formeur NiCrAl ou NiAl. Le substrat a été testé soit brut d'élaboration, soit désulfuré ou encore dopé par du soufre. Lorsque la couche d'alumine s'est écaillée, il leur a été possible d'observer la morphologie de la surface qui jouxtait l'alliage. La surface de l'oxyde s'avère être très souvent poreuse dans le cas des alliages dopés par le soufre. Des cavités interfaciales sont d'autant plus nombreuses que la teneur en soufre est élevée. La désulfuration du substrat a permis une augmentation considérable de la durée de vie en oxydation cyclique sans qu'il n'y ait cependant de modification dans la morphologie de la couche d'alumine. L'adhésion de l'alumine est réellement accrue lorsque la teneur en soufre contenu dans le superalliage est inférieure à 1ppm. Le mécanisme qui gouverne la résistance interfaciale est donc lié à la chimie de l'interface et non à la morphologie de la couche d'alumine comme cela peut être le cas lorsque le superalliage est dopé en éléments réactifs tels que l'yttrium, le zirconium, le hafnium et des terre-rares.

La ségrégation du soufre a été démontrée par Smialek, Browning, Munir et Cubicciotti (1985) ainsi que Smeggil, Funkenbusch et Bornstein (1985) par la spectroscopie Auger sur des alliages

contenant de 10 à 20 ppm de soufre. Une à deux monocouches atomiques peuvent ségréger à la surface de l'alliage. Ce phénomène est atténué lorsque l'alliage est dopé en éléments actifs ou désulfuré en dessous de 1ppm (Smialek, Jayne, Schaeffer, Murphy, 1994). Ces auteurs montrent que la ségrégation du soufre à la surface de l'alliage qui est gouvernée par la loi de Langmuir-McLean (expression I.8') atteint de fortes concentrations lorsque le traitement a lieu au dessus de 800°C et dès que la teneur en soufre atteint quelques unités de ppm.

$$\frac{\theta}{1-\theta} = \frac{a.C_s}{1-C_s} \exp\left(\frac{Q_s}{RT}\right) \quad \text{I.8'}$$

où  $\theta$  est la proportion relative à la saturation de surface recouverte par une monocouche;  
 $C_s$  est la concentration de soufre dans le substrat;  
 $Q_s$  est l'enthalpie de ségrégation ( $Q_s=137\text{kJmol}^{-1}\text{K}^{-1}$  pour le soufre sur le nickel);  
 $a$  est une constante.

Smialek (1996) a calculé une teneur critique telle que la désulfuration de l'alliage à des valeurs plus faibles ne conduirait plus à aucune amélioration en oxydation cyclique. Les durées de vie sont les plus longues lorsque la teneur en soufre totale contenue dans l'alliage est inférieure ou égale à une monocouche atomique, compte tenu des dimensions de la pièce. La teneur critique a été estimée à 0,3ppm. Cette valeur très faible est due au fait que la saturation de la surface d'alliage de nickel est atteinte pour seulement 0,3 à 0,5 monocouche atomique.

La relation entre la ségrégation du soufre avec la germination de cavités est expliquée par Fox, Lees et Lorimer (1991), Hou et Stringer (1992) et par Pint (1997). Dans un système métal-oxyde, les énergies de surface qui entrent en jeu sont:  $\gamma_m$  (métal),  $\gamma_{ox}$  (oxyde) et  $\gamma_{int}$  (interface). La présence de soufre, ou de tout autre élément ségrégeant à l'interface métal-oxyde augmente l'énergie d'interface  $\gamma_{int}$ , diminuant l'énergie d'adhésion du système ( $E_{ad}=\gamma_m+\gamma_{ox}+\gamma_{int}$ ), si bien que des sites propices au décollement de l'oxyde sont créés. D'autre part, il existe une forte interaction entre les atomes de soufre et les lacunes du réseau du métal alumino-formeurs. La diffusion du soufre est donc favorable à la coalescence des lacunes et la ségrégation du soufre à l'interface entraîne une coalescence lacunaire interfaciale (Smialek, Gibala, 1983 et Tien, Pettit, 1972).

Evans, Nicholls et Sauders (1995) montrent que la germination de cavités interfaciales n'est pas dangeureuse pour la tenue de la couche d'oxyde tant que la taille des cavités reste inférieure à une taille critique (quelques dizaines de nanomètres). D'autre part, une cavité interfaciale de petite taille est susceptible d'être incorporée dans la couche d'alumine devenant une cavité incluse (Pint, Martin, Hobbs, 1993 et Quadakkers, Holzbrecher, Briefs, Besk, 1989 et Reddy, Smialek, Cooper, 1982).

### I.3.1.3. Epaisseur de la couche d'oxyde

La méthode de mesure des épaisseurs d'alumine, qui sera respectée dans tout le travail, est illustrée par la figure I.14. Les photographies des coupes de matériau poli sont recouvertes d'une grille (en blanc) dont le pas est égal à  $1\mu\text{m}$ . Puis, depuis l'intersection entre la grille et l'interface alumine/sous-couche, on trace des segments perpendiculaires à l'interface (en noir) dont on mesure la longueur comprise entre la sous-couche et la zircone. Lorsqu'une cavité est rencontrée, sa taille n'est pas prise en compte dans la mesure. La direction perpendiculaire à l'interface alumine/sous-couche est la direction la plus probable pour la croissance de l'alumine.

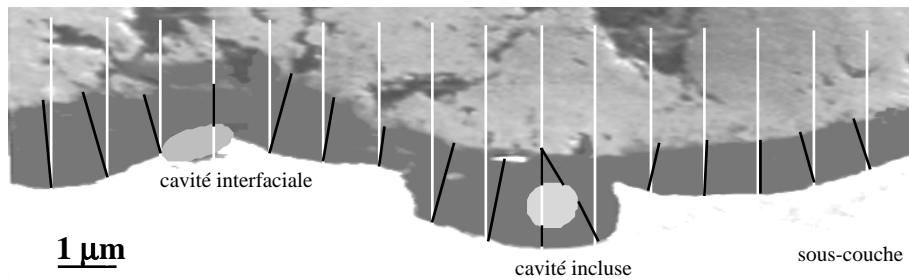


Figure I.14: méthode de mesure de l'épaisseur de la couche d'alumine.

Le tableau I.5 reprend les valeurs caractéristiques des distributions obtenues pour quatre temps d'oxydation statique à  $1100^{\circ}\text{C}$  d'échantillons plans et une oxydation statique de 15 heures d'un échantillon cylindrique de rayon de courbure égal à 3mm. Les histogrammes obtenus par ces mesures sont reportés en annexe 2.

temps d'oxydation (h)	rayon substrat (mm)	moyenne $\bar{e}_{\text{ox}}$ ( $\mu\text{m}$ )	médiane $e_{\text{ox}, 90\%}$ ( $\mu\text{m}$ )	écart-type $\sqrt{\sigma^2}$ ( $\mu\text{m}$ )	minimum ( $\mu\text{m}$ )	maximum ( $\mu\text{m}$ )	nombre de mesures
5	$\infty$	1,13	1,07	0,38	0,44	2,39	91
15	$\infty$	1,57	1,45	0,52	0,86	2,69	30
15	3	2,25	2,04	0,48	1,08	3,34	107
30	$\infty$	2,43	2,26	0,94	0,48	4,79	46
64	$\infty$	2,99	3,0	0,72	1,73	4,84	62

Tableau I.5: valeurs caractéristiques des distributions d'épaisseur d'alumine en oxydation statique sur échantillons plans.

Les valeurs obtenues sur les échantillons plans ont été comparées aux résultats obtenus par l'ONERA/OM par une méthode semblable. La figure I.15 présente le graphe des épaisseurs d'alumine en fonction du temps, La courbe établie par l'ONERA y figure ainsi que les moyennes des distributions mesurées à l'ENSMP et reprises du tableau I.5.

La loi d'oxydation statique qui sera utilisée dans la suite, pour des échantillons plans, est donnée par l'expression I.9. L'épaisseur d'alumine initiale moyenne est égale à  $0,3\mu\text{m} \pm 0,1\mu\text{m}$  ce qui correspond à une origine des temps à  $-2307\text{s}$  ( $-38'27''$ ). La loi d'oxydation statique d'échantillon plan



à 1100°C est parabolique de la forme classique  $d(e_{ox}^2)=kt$ . Pour extrapoler cette loi à toutes les températures, on supposera que les paramètres A et Q de l'expression I.9 sont constants.

$$d(e_{Al_2O_3}^2) = A \cdot e^{-\frac{Q}{RT}} dt \quad I.9$$

où  $e_{Al_2O_3}(t)$  est l'épaisseur de la couche d'alumine;

$e_{Al_2O_3,init}$  est l'épaisseur initiale;

A est une constante;

Q est l'énergie d'activation;

R est la constante des gaz parfaits;

T est la température en Kelvin;

t est la durée de l'oxydation;

avec  $e_{Al_2O_3,init} = 0,3 \mu m$ ;

$Q/R = 29535 \text{ K}$  (d'après des mesures de l'ONERA sur sous-couche MCrAlY);

$A = 8,58 \cdot 10^4 \mu m^2/s$ .

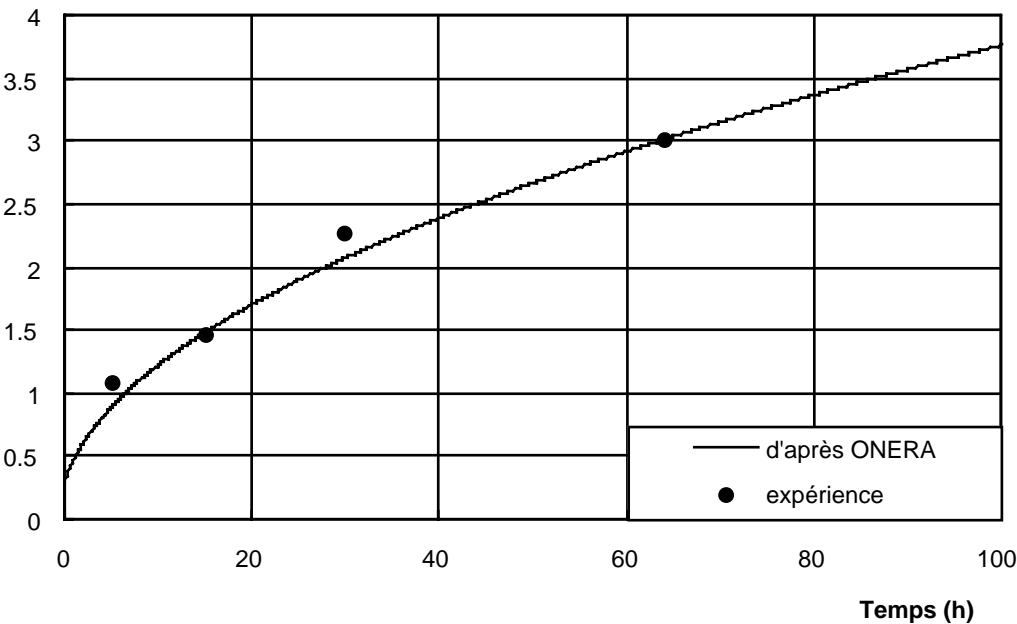


Figure I.15: épaisseur moyenne d'alumine après oxydation statique de la barrière thermique à 1100°C.

#### I.3.1.4. Propriétés de l'alumine.

Le tableau I.6 regroupe quelques propriétés des oxydes d'aluminium issues de la bibliographie. Robertson et Manning (1990) précisent que l'énergie de surface qu'il utilisent et qui figure dans le tableau I.6 présente une grande incertitude. Il en est de même pour la valeur de la ténacité calculée par Schütze (1995) qui en découle.

Coefficient de Poisson	0,24	Robertson, Manning (1990)
Energie de rupture ( $J/m^2$ )	7,7	Robertson, Manning (1990)
Ténacité ( $MPa \cdot m^{1/2}$ )	2,5	Schütze (1995)

Tableau I.6: quelques propriétés de couches d'alumine.

Les évolutions du module d'Young et du coefficient de dilatation thermique en fonction de la température sont données ci-dessous par les expressions I.10 et I.11 et sont représentés sur les figures I.7 et I.8.

$$E(T) = -10^{-7} T^3 + 8.10^{-5} T^2 - 5,34.10^{-2} T + 380 \quad \text{I.10}$$

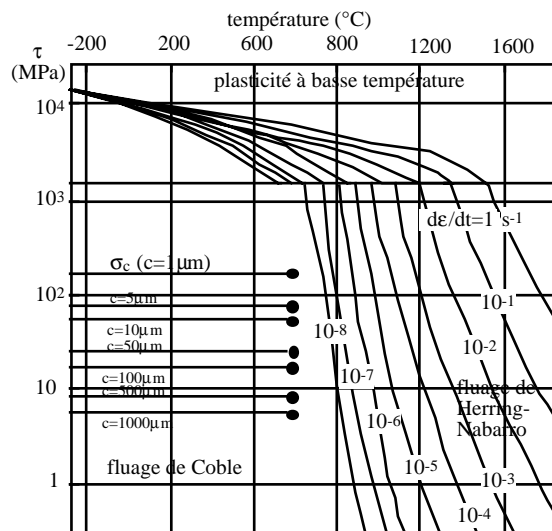
(d'après Samsonov, 1973)

$$\alpha(T) = -6.10^{-13} T^2 + 3.10^{-9} T + 6.10^{-6} \quad \text{I.11}$$

(d'après The Smithells Handbook)

Le comportement mécanique des couches d'oxyde et de l'alumine en particulier est sujet à controverse, essentiellement en ce qui concerne une éventuelle plasticité. La déformation plastique d'un polycristal peut intervenir par le mouvement des dislocations s'il existe au moins cinq systèmes de glissement indépendants (Von Mises, 1928). L'alumine n'en possède que deux: (0001)<1120>. Il existe une température aux alentours de 1500°C en dessous de laquelle la contrainte nécessaire pour activer des systèmes de glissement secondaires est supérieure à la contrainte de rupture de l'alumine (Evans, Davidge, 1969). Tandis que la plasticité par mouvement des dislocations ne peut être activée dans les conditions de service du système de l'étude, la déformation par fluage est une hypothèse plus probable.

Schütze (1990) a établi une carte donnant les mécanismes de déformation pouvant se produire dans une alumine de 1µm de taille de grain en fonction de la température et de la contrainte (Figure I.16). Il montre que le fluage secondaire est tout à fait négligeable en-dessous de 1000°C puisque la vitesse la plus élevée qu'il est possible d'obtenir pour l'alumine est 10<sup>-8</sup>s<sup>-1</sup>. Au-dessus de 1000°C, le mode de fluage qui prédomine est le fluage diffusion de Coble au joint de grains et de Herring-Nabarro en volume. D'autre part, Spriggs et Vasilos (1963) estiment que 1275°C est la température la plus basse à partir de laquelle un mécanisme de déformation dépendant du temps est systématiquement observé pour l'alumine.



**Figure I.16:** carte des mécanismes de déformation de l'alumine de taille de grain égale à 1µm, en fonction de la contrainte de cisaillement et de la température.

Toute déformation plastique observée en dessous de 1000°C est donc une pseudo-plasticité (Schütze, 1990) encore appelée fluage élastique. Il se manifeste par la croissance stable d'un réseau de microfissures qui sont refermées ou réparées par oxydation (healing). Ce mécanisme peut conduire à

des vitesses de déformation non négligeables pour certains oxydes mais pour l'alumine à 800°C elles ne dépassent pas  $10^{-8} \text{ s}^{-1}$ .

Ces résultats bibliographiques nous conduiront à effectuer les calculs de contraintes dans les couches en considérant la couche d'alumine comme élastique linéaire pour toute la plage de températures explorées dans l'étude.

### **I.3.2 Modifications chimiques de la sous-couche dues à l'oxydation**

#### **I.3.2.1. Analyse chimique quantitative du matériau brut**

Une analyse quantitative de la composition chimique du matériau à l'état brut a été réalisée par microsonde de Castaing et analyse WDS (Wavelength Dispersive Spectroscopy) avec une résolution de  $1\mu\text{m}^3$ . Au préalable, des pointés semi-quantitatifs ont été effectués par analyse EDS (Energy Dispersive Spectroscopy).

La figure I.17 localise les zones analysées par des pointés semi-quantitatifs EDS et par des cartographies d'images X. La photographie de la figure I.18 montre le profil analysé quantitativement en WDS et qui se trouve compris entre les deux croix. La photographie placée au-dessus des profils se trouve alignée avec l'axe des abscisses des profils. Il est donc possible de s'y reporter pour identifier la zone du matériau concernée par un point particulier du profil.

#### *Analyses EDS (figure I.17).*

Les précipités blancs inclus dans la sous-couche externe et désignés par le repère 1, sont enrichis en aluminium, tantale et tungstène.

Des inclusions d'alumine (taches noires, rep.2) sont présentes à l'interface entre la zone externe et la zone interne de la sous-couche, à l'emplacement de la surface initiale du substrat. Ces inclusions parasites sont inhérentes au processus d'élaboration qui induit une contamination de la surface par le dépôt d'impuretés oxydées dans la caisse.

Dans la sous-couche interne, on distingue quatre niveaux de contraste. La matrice, presque noire (rep. 3), est composée de Ni (Al, Pt) en phase  $\beta$  et alterne avec des zones grises très foncées (rep.4), observées uniquement à proximité du substrat. C'est la variété allotropique  $\gamma'$  qui s'étend depuis le substrat. On retrouve ces deux zones sur la photographie du bas de la figure I.17. Le repère 3 indique la matrice  $\beta$  de la sous-couche interne. Les repères 4 indiquent respectivement, du plus haut au plus bas, une zone de composition  $\gamma'$  qui jouxte la sous-couche interne, une zone à matrice  $\gamma'$  contenant des précipités blancs (enrichis en éléments lourds) qui jouxte l'AM1 sain et un gros précipité  $\gamma'$  qui n'a pas été redissous par les traitements thermiques.

Les précipités gris clair (rep. 5), proches du substrat, sont enrichis en tantale, tungstène, chrome, cobalt et molybdène. Les précipités blancs (rep. 6), proches de la sous-couche externe, sont enrichis en tantale et tungstène seulement.

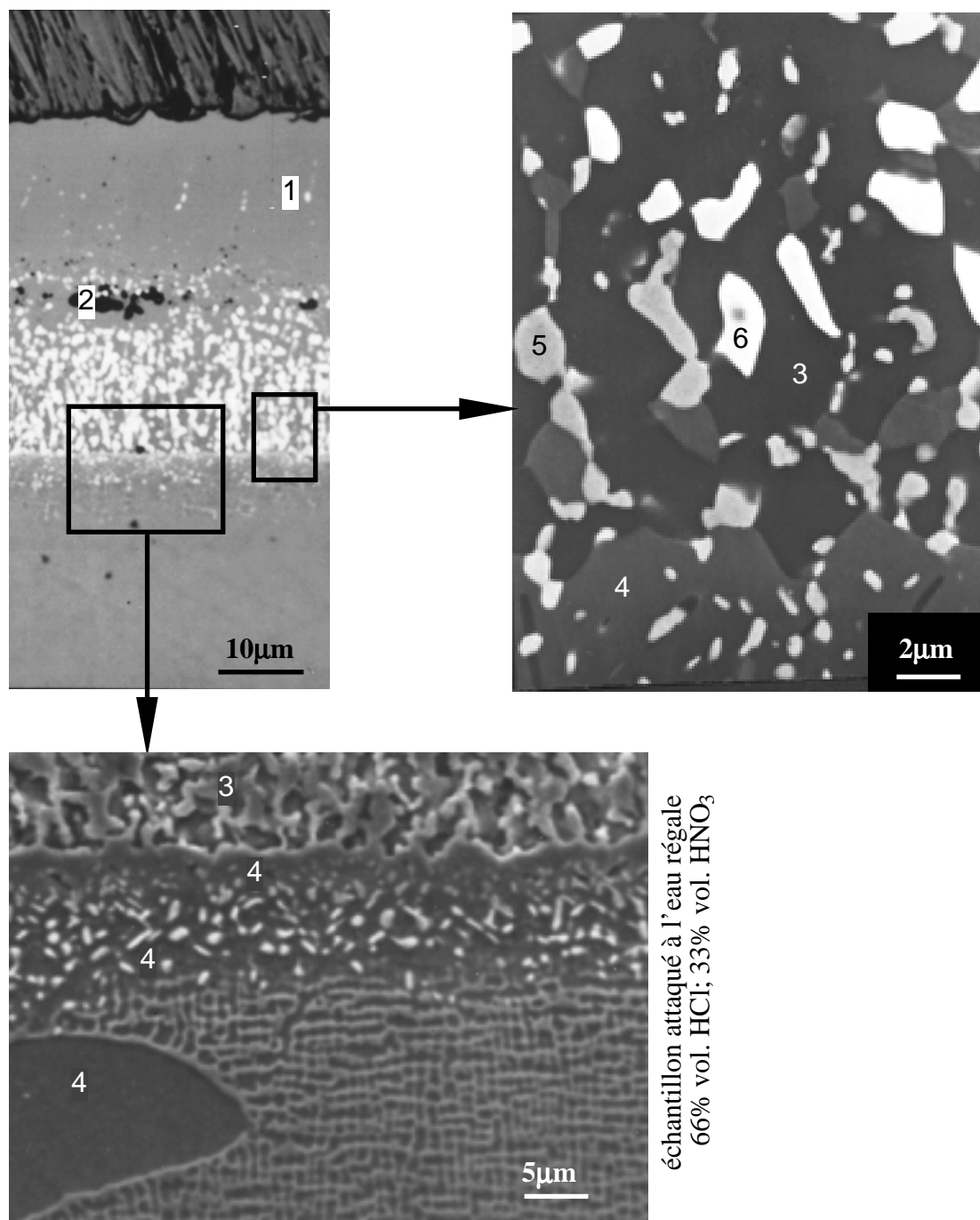
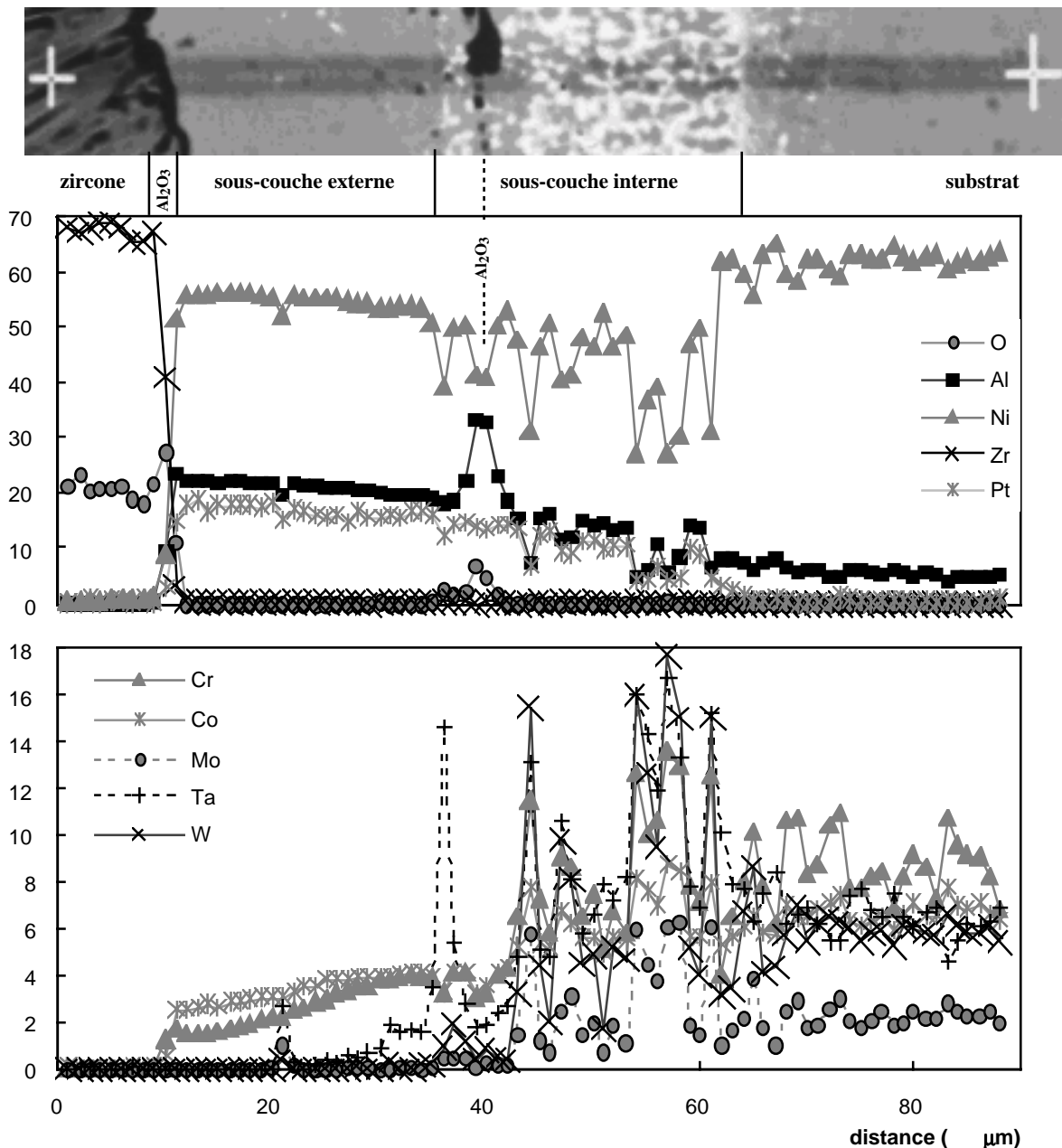


Figure I.17: localisation des pointés EDS

### Analyses WDS (figure I.18).

Le profil situé en haut de la figure I.18 concerne les éléments principaux du système étudié: O, Al, Ni, Zr et Pt. Le second profil s'intéresse aux éléments d'addition en plus faible teneur.

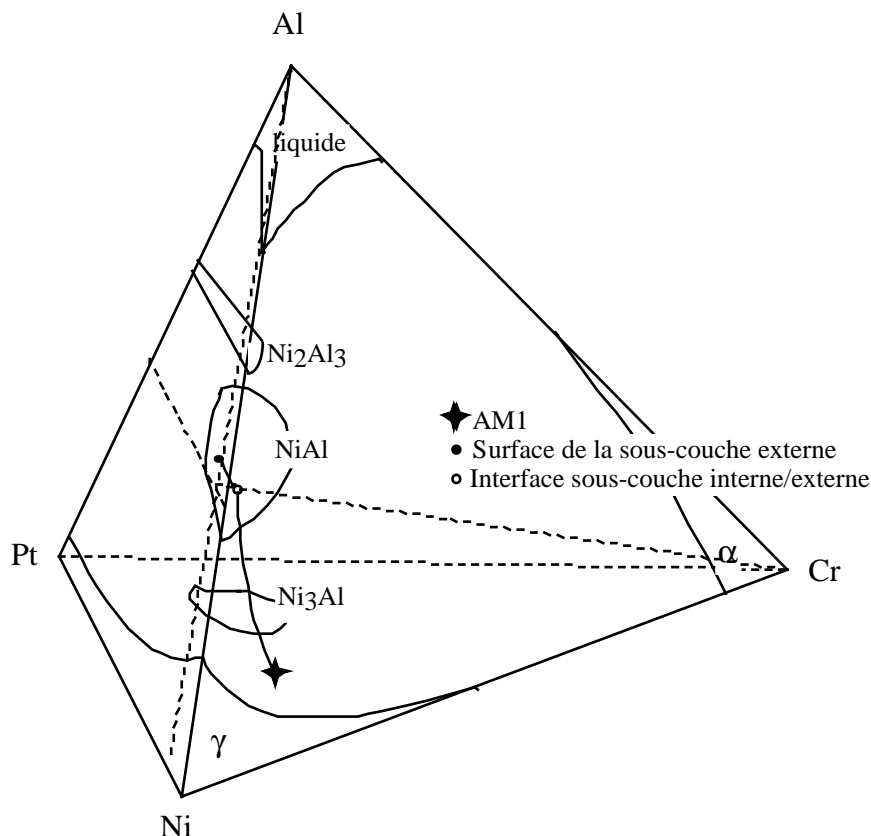
En examinant la fluctuation des concentrations dans la sous-couche externe, ces analyses montrent que les concentrations de nickel, aluminium et platine diminuent très sensiblement au profit de l'augmentation de la teneur en chrome et cobalt. Dans la sous-couche interne, les zones appauvries en nickel et aluminium correspondent aux précipités enrichis en éléments lourds. Le substrat se trouve affecté par le dépôt de la sous-couche sur une profondeur de 20µm environ entre les abscisses 65µm et 85µm. Dans cet intervalle, la teneur en aluminium est plus élevée que dans l'AM1 sain et on trouve quelques précipités enrichis en chrome et en molybdène.



**Figure I.18:** profils de concentration (% pondéral) des principaux éléments constituant la barrière thermique à l'état brut.

En supposant que l'AM1 puisse être représenté par le composé tertiaire Ni-Al-Cr (bal.-13-10), nous avons représenté sur un diagramme du système quaternaire Ni-Al-Cr-Pt (Jackson, Rairden 1977), l'allure du trajet de composition chimique dans l'épaisseur de la sous-couche (Figure I.19). La surface de la sous-couche externe contient une teneur en chrome négligeable. Le point se situe donc sur la face Ni-Al-Pt du tétraèdre. En progressant dans la sous-couche externe, vers la sous-couche interne, les teneurs en nickel et platine sont constantes, la teneur en aluminium diminue au profit de l'augmentation de la teneur en chrome. Le point sur le diagramme est donc toujours situé dans le même plan qui fixe les proportions de nickel et de platine mais s'enfonce légèrement dans la masse du tétraèdre vers le chrome. Le trajet dans la sous-couche interne est bien entendu très complexe en raison de la grande hétérogénéité de cette couche mais le trajet de la matrice évolue progressivement

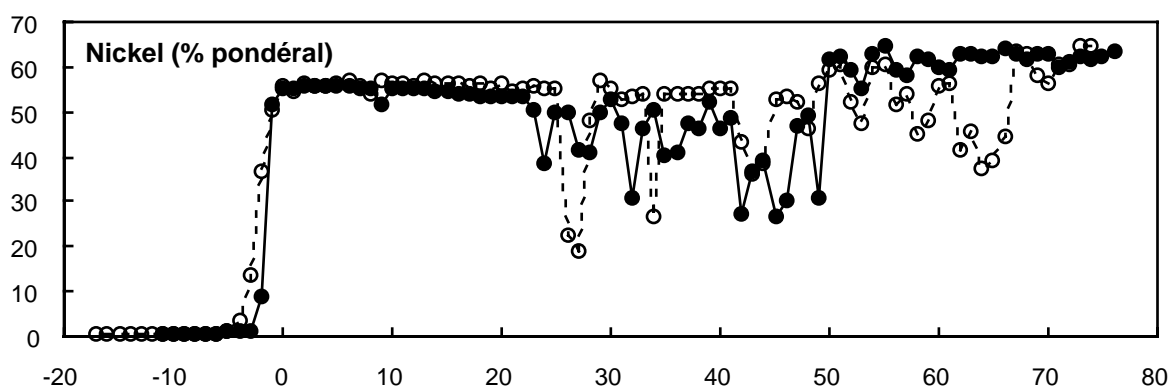
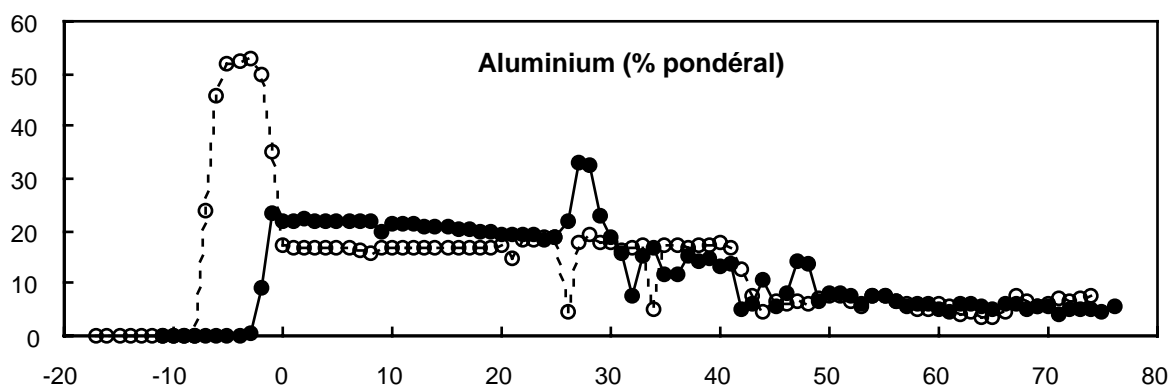
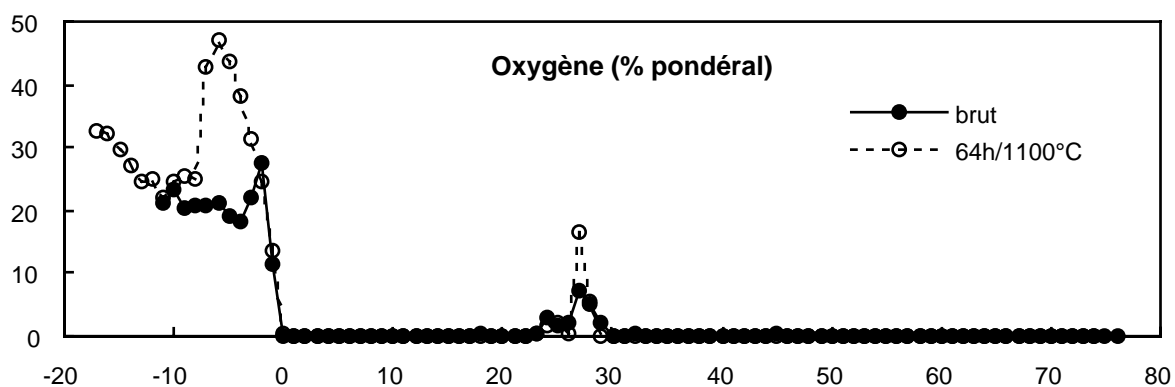
vers la composition de l'AM1, entraînant une diminution des teneurs en platine et aluminium et une augmentation des teneurs en chrome et nickel..



**Figure 1.19:** diagramme quaternaire Ni-Cr-Al-Pt à 1060°C (d'après Jackson et Rairden 1977). Trajet de composition chimique de CN22 de la surface de la sous-couche externe au substrat (arêtes du tétraèdre graduées en pourcentage atomique).

### I.3.2.2 Evolution des profils au cours de l'oxydation

La figure I.20 compare les profils de concentrations chimiques obtenus sur le matériau brut avec ceux du matériau oxydé 64h à 1100°C. Pour comparer ces profils, nous avons choisi l'interface alumine/sous-couche comme référence commune à l'abscisse 0. Les deux photographies placées au-dessus des profils montrent les coupes brutes et oxydées analysées. Elles sont alignées avec les profils pour permettre un repérage facile des zones du matériau. La comparaison des deux photographies permet d'observer la croissance de la couche d'alumine et la coalescence des précipités enrichis en éléments lourds dans la sous-couche interne. Le nombre de précipités a diminué au profit de l'augmentation de leur taille.



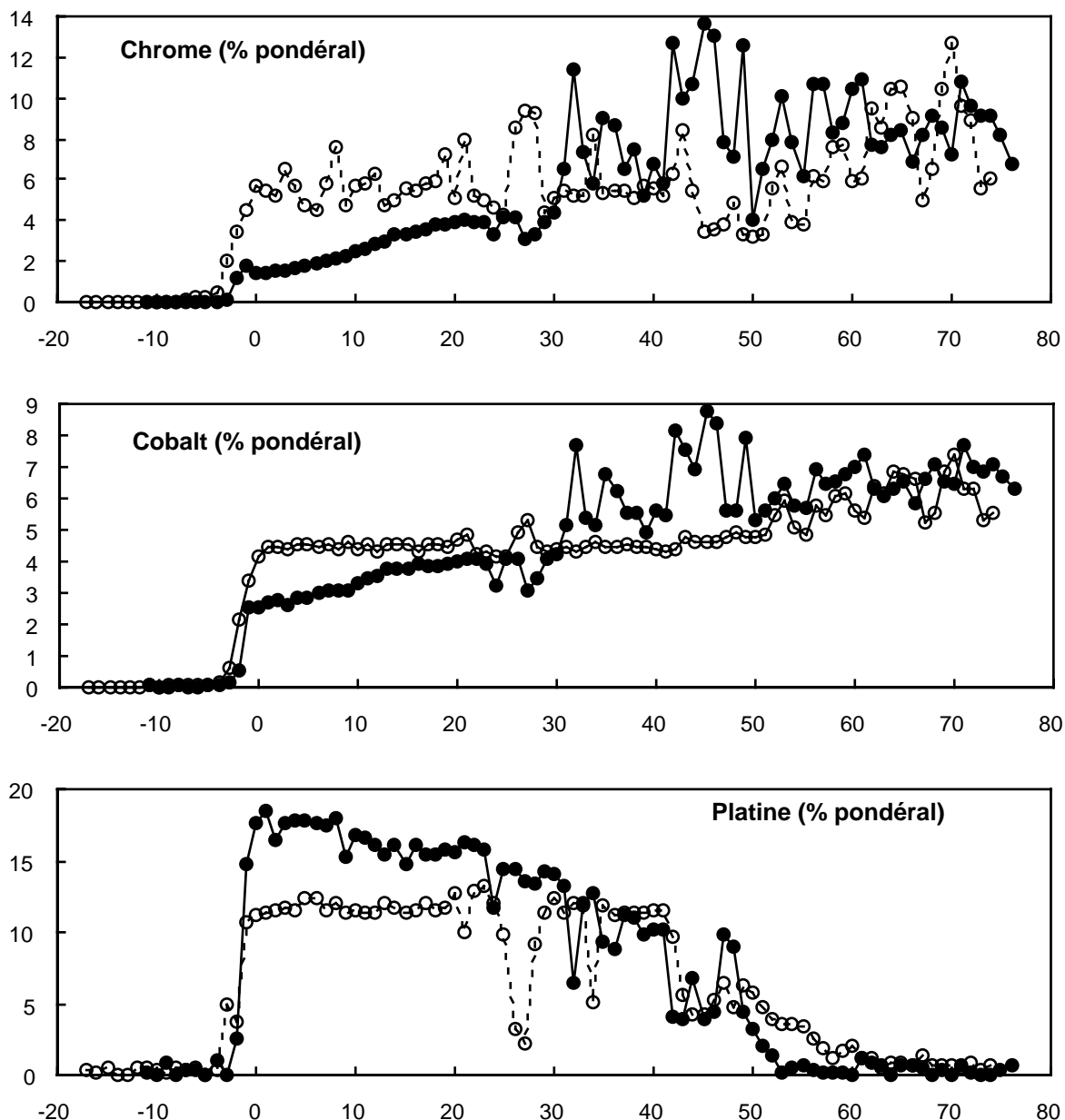


Figure I.20: évolution des concentrations chimiques par éléments après une oxydation statique de 64h à 1100°C.

Le profil de concentration d'oxygène met en évidence l'extension de l'alumine entre la zircone et la sous-couche sur 3 $\mu$ m environ. Par contre, les précipités d'alumine qui séparent la sous-couche externe de la sous-couche interne ne présentent pas d'évolution notable.

Le profil d'aluminium montre la diminution de concentration dans la sous-couche, au droit de l'alumine, par diffusion de l'élément vers la surface.

Le cobalt et le chrome, initialement concentrés dans les précipités gris clair de la sous-couche interne (rep. 5, fig I.17) semblent remis en solution pour présenter une distribution moins étalée.

La concentration de nickel n'évolue pas dans la sous-couche externe mais le profil est plus continu dans la sous-couche interne. En effet, les précipités enrichis en éléments lourds ont coalescé si bien que les couloirs de matrice NiAl sont plus larges. La surface du substrat présente quant à elle une diminution de la teneur en nickel.



Le platine en solution solide dans la matrice NiAl présente initialement un gradient de concentration de la zircone vers le substrat qui tend à s'homogénéiser.

## **Chapitre II**

### **Endommagement de la sous-couche**



## Chapitre II: Endommagement de la sous-couche

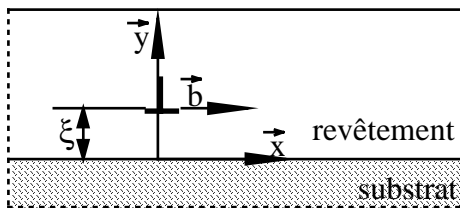
### II.1. Théorie des singularités de contrainte en pointe d'une fissure transverse

#### II.1.1. Fissuration transverse d'une couche mince

L'analyse de la fissuration transverse d'une couche mince déposée sur un substrat semi-infini est traitée de manière synthétique par Hutchinson et Suo (1992). Le problème est traité en contraintes planes dans le cas où la longueur de la fissure en surface est très supérieure à l'épaisseur du revêtement. Des solutions analytiques sont données par Gecit (1979) et Beuth (1992).

Beuth (1992) s'inspire d'un formalisme issu de la théorie des dislocations, établi pour des configurations voisines par Civelek (1985) ainsi que Suo et Hutchinson (1989 et 1990). Suo et Hutchinson (1989 et 1990) en particulier, se placent dans le cas d'une fissure parallèle à l'interface, configuration étudiée au chapitre III. Dans ce chapitre, seuls les cas de fissures perpendiculaires à l'interface sont étudiés.

Le champ de contraintes induit par la présence d'une dislocation coin, située à une distance  $\xi$  de l'interface dans la protection et de vecteur de Burger  $\vec{b} = b\vec{x}$  colinéaire à l'interface (Figure II.1) a été obtenu par Civelek (1985). Puis, cet auteur a considéré la fissure transverse comme étant une chaîne de dislocations de vecteurs de Burger  $b(\xi)$ .



**Figure II.1:** modélisation de la fissuration par la théorie des dislocations.

Le champ de contraintes en pointe d'une fissure bidimensionnelle dans un milieu homogène en déformation plane est donné par l'expression II.1

$$\sigma_{ij} = \frac{K_I(\sigma^\infty, a)}{\sqrt{2\pi r}} f_{ij}(\theta) \quad \text{II.1}$$

où  $a$  est la longueur de la fissure;

$\sigma^\infty$  est la contrainte macroscopique;

$r$  et  $\theta$  sont les coordonnées cylindriques centrées sur la pointe de la fissure;

$K_I$  est le facteur d'intensité de contrainte en mode I qui ne dépend que de  $\sigma^\infty$  et

$a$ .

Dans la configuration de la figure II.2, avec un bimatériau, lorsque la pointe de la fissure transverse n'atteint pas l'interface, la singularité de contrainte en pointe de fissure a toujours une forme classique en  $r^{1/2}$  (expression II.2).

$$\sigma_{ij} = \frac{\tilde{K}(\sigma^\infty, \frac{a}{h}, h^{1/2}, \alpha, \beta)}{\sqrt{2\pi r}} f_{ij}(\theta) \quad \text{II.2}$$

où  $a$  est la longueur de la fissure;

$h$  est l'épaisseur de la protection;

$\sigma^\infty$  est la contrainte macroscopique;

$r$  et  $\theta$  sont les coordonnées cylindriques centrées sur la pointe de la fissure;

$\alpha$  et  $\beta$  sont les paramètres de Dundurs (1969) définis par les expressions II.3 et II.4.

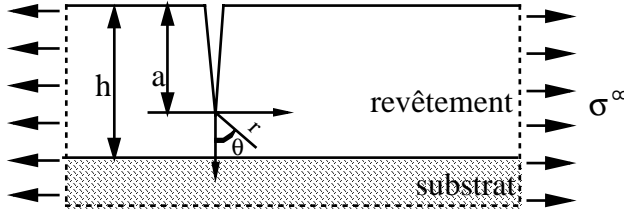
$\tilde{K}$  est le facteur d'intensité de contrainte qui dépend de  $\sigma^\infty$ ,  $a/h$ ,  $h^{1/2}$ ,  $\alpha$  et  $\beta$ ;

$$\alpha = \frac{G_1(1-\nu_2) - G_2(1-\nu_1)}{G_1(1-\nu_2) + G_2(1-\nu_1)} \quad \text{II.3}$$

$$\beta = \frac{1}{2} \frac{G_1(1-2\nu_2) - G_2(1-2\nu_1)}{G_1(1-\nu_2) + G_2(1-\nu_1)} \quad \text{II.4}$$

où  $G_1$  et  $G_2$  sont les modules de cisaillement des deux couches;

$\nu_1$  et  $\nu_2$  sont les coefficients de Poisson des deux couches.



**Figure II.2:** fissuration transverse du revêtement. Configuration en déformations planes.

Lorsque  $a/h$  tend vers 1, la singularité de Zak-Williams (Zak, Williams, 1963) exprime la singularité de contrainte pour une fissure perpendiculaire à l'interface, dont la pointe touche l'interface.

La contrainte en pointe de fissure a la forme donnée par l'expression II.5:

$$\sigma_{ij} \propto \tilde{K}(\sigma^\infty, h^\lambda) \cdot r^{-\lambda} f_{ij}(\theta) \quad \text{II.5}$$

où  $h$  est l'épaisseur du revêtement;

$\sigma^\infty$  est la contrainte macroscopique;

$r$  et  $\theta$  sont les coordonnées polaires centrées sur la pointe de la fissure;

$\tilde{K}$  est un réel pouvant s'apparenter à un facteur d'intensité de contrainte classique mais dont la dimension est [contrainte].[longueur] $^\lambda$ . Il ne dépend que de  $\sigma^\infty$  et de  $h^\lambda$ .

L'exposant  $\lambda$  de la singularité de Zak-Williams est racine de l'équation donnée par l'expression II.6.

$$\cos(\lambda\pi) - 2 \frac{\alpha - \beta}{1 - \beta} (1 - \lambda)^2 + \frac{\alpha - \beta^2}{1 - \beta^2} = 0 \quad \text{II.6}$$

Les solutions analytiques qui expriment une singularité en  $r^{-\lambda}$  sont telles que lorsque la fissure atteint l'interface, le facteur d'intensité de contrainte tend vers zéro ou vers l'infini selon que le revêtement est moins complaisant ou plus complaisant que le substrat.

Si par exemple, le film est moins complaisant que le substrat, le facteur d'intensité de contrainte est nul quelle que soit la force appliquée. De ce fait, aucune fissure ne pourra traverser l'interface. Cette irréalité physique entraîne Atkinson (1977) à tenter de lever la singularité de Zak-Williams.

Une couche intermédiaire de faible épaisseur  $e$  est introduite entre le substrat et la protection (figure II.3). Son module varie continûment entre les modules du substrat et de la protection. Le problème limite, lorsque  $e$  tend vers zéro, permet d'obtenir un facteur d'intensité de contrainte réel présentant une singularité classique.

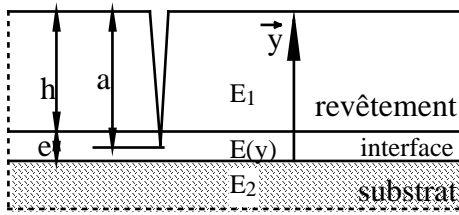


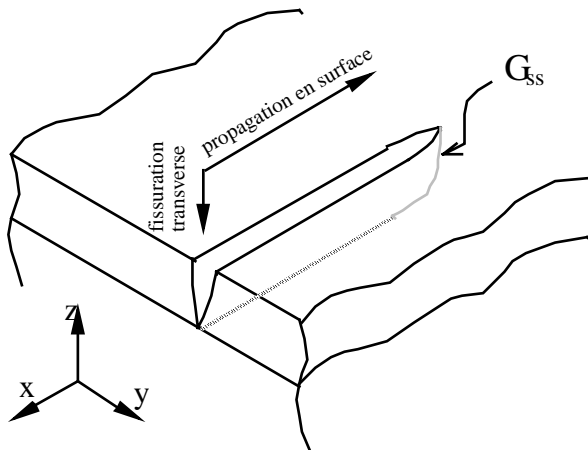
Figure II.3 introduction d'une couche intermédiaire à propriétés variables.

### **II.1.2 Propagation de fissures à la surface de la protection**

Hutchinson et Suo (1992) décrivent par le schéma de la figure II.4, la propagation d'une fissure tridimensionnelle à travers la protection.

On ne s'intéresse pas ici à une éventuelle pénétration dans le substrat ou à un éventuel délaminage. Seule la propagation latérale est considérée.

La forme du front de fissure s'adapte de telle sorte que l'énergie libérée par unité de longueur soit la même en tout point du profil. Lorsque la longueur en surface dépasse quelques ordres de grandeurs de l'épaisseur de la protection, le profil tend vers une forme stationnaire. D'après Beuth (1992) le régime stationnaire serait déjà atteint lorsque la longueur de fissure dépasse deux épaisseurs de protection. A ce stade, l'énergie disponible pour la rupture  $G_{ss}$  (ss:steady-state), peut être calculée par une analyse bidimensionnelle, alors qu'une analyse tridimensionnelle est nécessaire en régime transitoire, lorsque le profil évolue encore.



**Figure II.4:** extension à travers la protection et en régime stationnaire (steady-state), d'une fissure transverse dont la pointe a atteint l'interface.

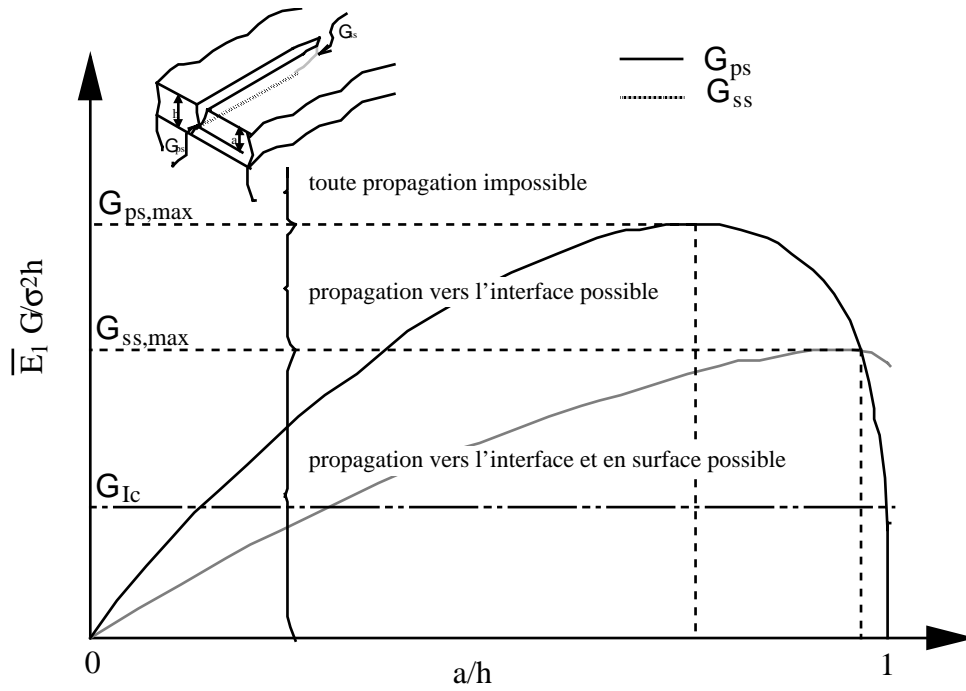
### **II.1.3. Evolution d'une fissure entièrement localisée dans la protection.**

Une fissure tridimensionnelle entièrement localisée dans la protection peut se propager de deux manières: elle peut s'étendre en profondeur vers l'interface; elle peut s'étendre en longueur à travers la protection.

Beuth (1992) analyse le comportement de la fissure en fonction du rapport de complaisances entre la protection et le substrat. Lorsque la protection est plus complaisante que le substrat, la fissure peut s'étendre vers l'interface mais c'est une limite qu'elle ne peut atteindre. En revanche, si la protection est moins complaisante que la substrat, la fissure atteint toujours l'interface.

La figure II.5 présente l'allure des courbes  $\bar{E}_1 G_{ss}/\sigma^2 h = f(a/h)$  et  $\bar{E}_1 G_{ps}/\sigma^2 h = f(a/h)$  pour des valeurs fixées des paramètres de Dundurs  $\alpha$  et  $\beta$  explicités par les expressions II.3 et II.4. ( $a$  est la profondeur de fissure,  $h$  l'épaisseur de la protection,  $\sigma$  est la contrainte macroscopique et  $\bar{E}_1 = E_1/(1-\nu)$ ).  $G_{ps}$  est l'énergie disponible pour propager une fissure transverse vers l'interface. L'indice "ps" signifie plane strain, déformation plane en anglais.  $G_{ss}$  est l'énergie disponible pour propager une fissure à travers la protection en surface et en régime stationnaire (steady state).

Si l'énergie de rupture  $G_{IC}$  de la protection, c'est à dire l'énergie nécessaire pour propager une fissure, est connue, ce graphe permet de prévoir quel sera le mode de fissuration de la protection. Pour cela, la droite parallèle à l'axe des abscisses d'équation  $y = G_{IC}$  doit être tracée. La position de cette droite par rapport aux intersections entre la droite d'équation  $x = a/h$  et les représentations graphiques des fonctions  $a/h \mapsto G_{ps}$  et  $a/h \mapsto G_{ss}$ , détermine le mode de propagation.



**Figure II.5:** allure des représentations graphiques des fonctions  $a/h \rightarrow \bar{E}_1 G_{ps}/\sigma^2 h$  et  $a/h \rightarrow \bar{E}_1 G_{ss}/\sigma^2 h$  séparant l'espace en trois domaines où le mode de propagation d'une fissure peut différer. D'après Beuth (1992).

### II.1.4. Multifissuration

Dans la réalité, la fissuration est souvent multiple et un réseau de fissures se développe. Ce réseau peut être isotrope comme dans le cas du faïencage bien connu en fatigue thermique (et sur notre vaisselle émaillée d'antan), mais dans le cas de sollicitations uniaxiales, le réseau présente souvent des fissures globalement parallèles entre elles. Les auteurs distinguent deux types de multifissuration pouvant apparaître à la surface de la protection: la propagation simultanée et le propagation séquentielle.

Dans le cas d'une propagation simultanée, l'analyse qui est couramment utilisée pour des protections très minces devant l'épaisseur du substrat, est l'approximation nommée shear-lag (Aveston, Cooper, Kelly, 1971 et Marshall, Cox, Evans, 1985). La rupture transverse de la protection s'accompagne d'une plasticité de l'interface en cisaillement. Les contraintes dans la protection et le substrat varient linéairement dans toute la largeur affectée par la plasticité interfaciale et se raccordent continuellement avec les contraintes à l'infini. Au droit de la fissure, la contrainte est nulle dans la protection et accrue dans le substrat du fait du report de charges.

Hu et Evans (1989) ont montré que lorsque le substrat est ductile, l'espacement des fissures est gouverné par la limite d'élasticité du substrat. De même, il existe une densité de fissures de saturation qui dépend de la contrainte critique de rupture de la protection, de son épaisseur et de sa limite d'élasticité en cisaillement. L'espacement minimum qu'il est possible d'obtenir est donné par l'expression II.7.

$$\lambda^* = \frac{2\sigma_c h}{\tau} \quad \text{II.7}$$

où  $h$  est l'épaisseur de la protection;

$\sigma_c$  est la contrainte critique de rupture de la protection en traction uniaxiale;



$\tau$  est la limite d'élasticité en cisaillement de la protection. Elle peut être reliée à la limite d'élasticité uniaxiale par  $\tau = Y/\sqrt{3}$ .

Lorsque le substrat et l'interface restent élastiques et que l'interface ne présente aucune décohésion, Thouless (1990) a montré que l'espacement des fissures est gouverné simultanément par l'épaisseur de la protection, sa contrainte critique de rupture et la contrainte macroscopique appliquée.

La propagation séquentielle correspond à une situation dans laquelle, à un certain niveau de chargement, des fissures espacées régulièrement ont traversé toute la surface et la contrainte de tension dans la protection a donc été relaxée partiellement. Une augmentation du niveau de chargement provoque le développement d'un nouveau réseau de fissures à mi-distance du premier.

Thouless, Olsson et Gupta (1992) montrent dans le cas de la propagation séquentielle que l'espacement minimum qui peut exister entre les fissures est plus large qu'avec une propagation simultanée. Ce résultat est établi en considérant que la saturation est obtenue lorsque la différence d'énergie élastique entre deux états consécutifs n'est plus suffisante pour amorcer de nouvelles fissures. D'autre part, il est démontré que la densité de saturation diminue lorsque l'épaisseur de la protection augmente en propagation séquentielle, tandis qu'elle augmente en propagation simultanée.

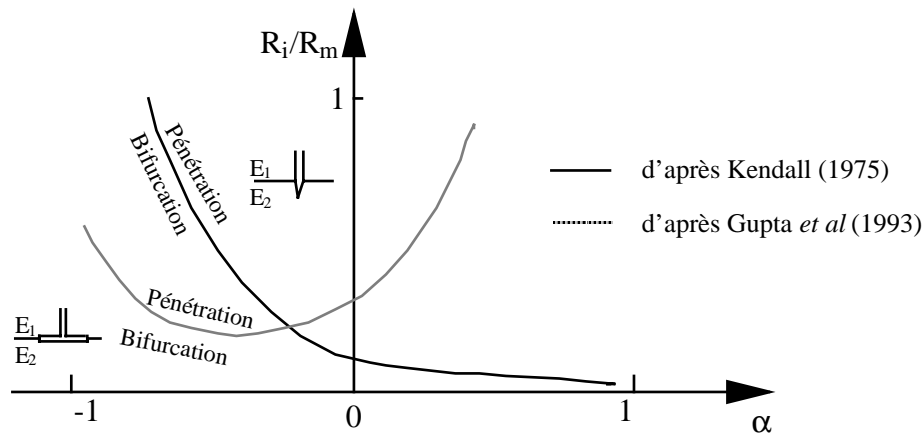
En terme de densité de fissures, Nairn et Sung-Ryong (1992) ont calculé la déformation requise pour amorcer une première fissure dans la protection, puis prédisent la densité de fissures en fonction de la déformation appliquée. Après l'amorçage initial, la densité de fissures croît rapidement pour ralentir ensuite. L'amorçage se produit plus rapidement dans les protections épaisses mais la densité de fissures évolue moins vite qu'avec un revêtement mince.

### **II.1.5. Conséquences pour le substrat.**

Lorsque la pointe d'une fissure transverse dans la protection atteint l'interface avec le substrat, elle peut s'arrêter, passer dans le substrat ou encore s'étendre parallèlement à l'interface en délaminant la protection. Ce type de délaminage ne s'apparente pas complètement à celui qui sera étudié au chapitre III. puisque dans ce chapitre, le délaminage résulte d'une fissure transverse alors qu'au chapitre III, le délaminage est seulement lié à la résistance interfaciale sans fissure transverse pré-existante.

Kendall (1975) propose une analyse basée sur les bilans d'énergie qui tient compte de l'énergie nécessaire à une propagation interfaciale après la bifurcation de la fissure et l'énergie nécessaire pour traverser l'interface.

La figure II.6 montre la limite en trait plein, établie par Kendall, entre les conditions qui conduisent à la bifurcation ou au passage dans le substrat. Ces conditions sont fonctions des énergies de rupture de l'interface et du substrat, respectivement  $R_i$  et  $R_m$  et du paramètre de Dundurs  $\alpha$  qui traduit l'importance relative de la différence de modules d'élasticité entre le substrat et la protection.



**Figure II.6:** allure des régions donnant lieu à une propagation à travers l'interface dans le substrat (pénétration) ou interfaciale (bifurcation) en fonction du rapport des énergies de rupture  $R_i$  et du substrat  $R_m$  et du paramètre de Dundurs  $\alpha$ . D'après Kendal (1975) et Gupta *et al* (1993).

Cependant, Gupta, Yuan et Martinez (1993) sont en total désaccord avec Kendall, comme le montre la courbe en traits interrompus de la figure II.6. Contrairement à Kendall, dont l'analyse énergétique est globale, leurs résultats découlent d'une analyse locale en facteurs d'intensité de contrainte.

Le manque de résultats expérimentaux ne permet pas de conclure de façon sûre. Toutefois, il apparaît qu'une fissure qui atteint une interface dont l'énergie est faible devant l'énergie de rupture au devant de la fissure bifurquera probablement.

## II.2. Examen de la transition ductile-fragile

### II.2.1 Introduction

La connaissance de la transition ductile-fragile d'une protection et de la déformation critique dans le domaine fragile prend toute son importance lorsque le matériau est destiné à des pièces constitutives d'aubes de turbine haute pression de moteur d'avion. En effet, la plage de températures atteintes en service pénètre largement dans le domaine fragile de la protection et dépasse largement la température de transition ductile-fragile.

La protection fissurée à cause d'un dépassement de la déformation critique dans le domaine fragile est préjudiciable à la durée de vie de l'aube pour deux raisons: les chemins de fissures sont des terrains favorables à la pénétration des espèces oxydantes et corrosives vers le substrat; les pointes de fissures localisées à l'interface sous-couche interne/substrat induisent des concentrations de contraintes sur le substrat susceptibles d'amorcer de nouvelles fissures.

Alors que les protections commençaient à être utilisées pour la lutte contre l'oxydation et la corrosion, la transition ductile-fragile était considérée comme une grandeur intrinsèque d'un matériau. Nicoll, Wahl et Hildebrandt (1977) démontrent que cette grandeur n'est pas intrinsèque pour une protection. Elle dépend d'autant plus de la nature du substrat que

l'épaisseur du revêtement est faible. La déformation critique à basse température, dans le domaine fragile, dépend également du substrat. Le procédé d'élaboration du revêtement et la microstructure qui en résulte (taille de grain, texture), la rugosité initiale du substrat et la vitesse de sollicitation sont également des facteurs influant sur la transition ductile-fragile.

Enfin, la température de transition ductile-fragile dépend de l'addition d'éléments d'alliage dans l'aluminium de nickel, tels que le chrome pour C1A ou le platine pour CN22 et de la stoechiométrie de l'alliage (Goward, 1970).

## **II.2.2. Méthode expérimentale**

### **II.2.2.1. Dispositif expérimental**

La méthode choisie a été développée par Bernard (1990). Elle a l'avantage d'être économique et précise, surtout dans le domaine fragile.

Des éprouvettes à 7 sections cylindriques, revêtues par la protection CN22, sont sollicitées en traction monotone à vitesse de déformation imposée sur la section centrale, de plus faible diamètre.

Wasilewski, Butler et Hanlon (1967) ont montré pour NiAl que jusqu'à  $0,45T_f \approx 600^\circ\text{C}$  ( $T_f$ : température de fusion), seuls les systèmes de glissement  $\{110\}$  sont activés. La plasticité est donc impossible. Au delà de la température de transition ductile-fragile, la déformation plastique est liée à des phénomènes de diffusion déjà évoqués au paragraphe I.2.3.1.3. La vitesse de déformation intervient sur ces phénomènes de diffusion (Veys, Rivière, Mévrel, 1988) et il faut donc la limiter à  $\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ .

La vitesse de déformation appliquée sur la section centrale lors des essais sur la protection CN22 sera toujours  $\dot{\epsilon} = 1,25 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ .

La figure II.7 montre l'éprouvette multisection utilisée, dont la section centrale a un diamètre de  $6^{\pm 0,1} \text{ mm}$ . Les sections suivantes disposées par ordre croissant successivement à gauche puis à droite de la section centrale ont des diamètres de 6,15mm, 6,32mm, 6,51mm, 6,71mm, 6,93mm, 7,17mm. Le rapport de surface entre deux sections consécutives est ainsi toujours de 0,95. La section centrale a une longueur de 15mm et les autres sections ont des longueurs de 9mm.

Une deuxième éprouvette a été conçue spécialement pour cette étude. Cette éprouvette est visible sur la photographie de droite de la figure II.8. Elle comporte trois sections de diamètres respectifs  $1^{\pm 0,1} \text{ mm}$ , 1,2mm et 1,4mm. La section centrale a une longueur de 1,2mm qui inclue les 2 congés de raccordement de 0,1mm de rayon. La longueur utile est donc de 1mm.

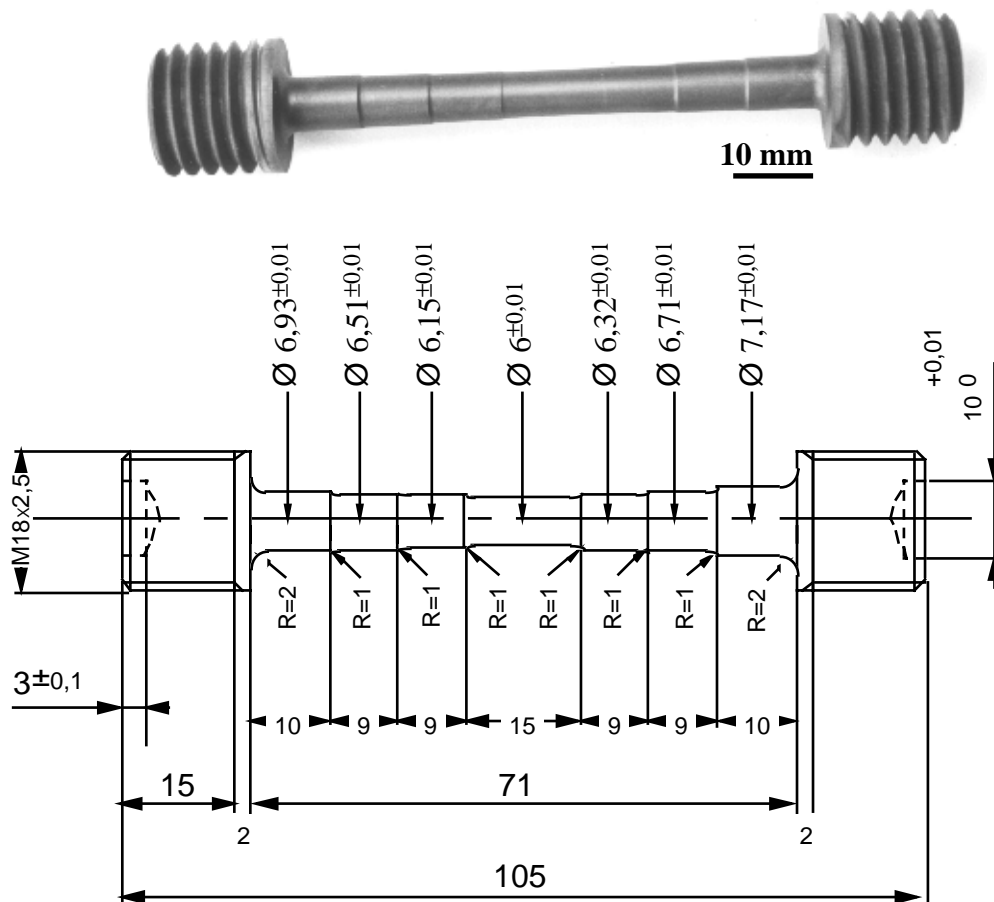


Figure II.7: éprouvette multisection Ø6 revêtue par la protection CN22.

Les deux éprouvettes décrites ci-dessus seront appelées respectivement ‘multisection Ø6’ et ‘multisection Ø1’. L’axe longitudinal est toujours dirigé selon l’orientation [001] du monocristal d’AM1.

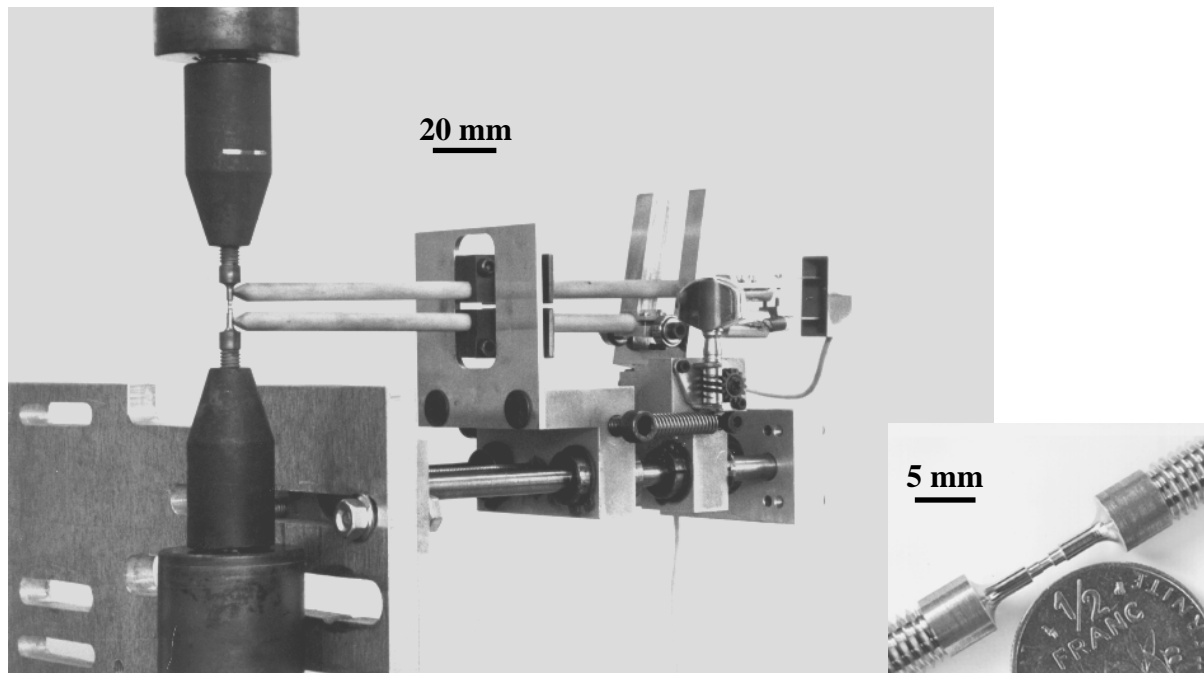
Les éprouvettes sont montées sur des machines électromécaniques à vis, ou hydraulique à vis ou à vérin hydraulique. La force est mesurée à l’aide d’une cellule de 50kN de charge maximale pour l’éprouvette multisection Ø6 et d’une cellule de 10 kN de charge maximale pour l’éprouvette multisection Ø1. La déformation est mesurée à l’aide d’un capteur extensométrique à jauge.

La figure II.8 montre une éprouvette multisection Ø1 en place avec le capteur de déformation qui encadre les trois sections. La mesure est donc l’intégration des déformations obtenues sur chaque section comprise entre les deux bras de l’extensomètre.

Dans le cas de l’éprouvette multisection Ø6, la longueur utile de la section centrale (15mm) est supérieure à la base de mesure du capteur de l’ordre de 10mm. Ce dernier peut donc s’appuyer exclusivement sur la section centrale.

Le chauffage est réalisé grâce à un four à image qui comprend quatre lobes semi-elliptiques. L’un des deux foyers est occupé par un tube halogène d’une puissance de 6,5kW. Le second foyer est le milieu du four occupé par l’éprouvette. La température est mesurée par un thermocoaxe de type K. Les deux fils de chromel et d’alumel sont noyés dans une gaine

réfractaire dont l'extrémité est appliquée en contact linéique sur la partie utile de l'éprouvette au moyen d'une ligature en nickel. La température est réglée par un correcteur de type P.I.D.



Largeur des sections rectifiées (congé de raccordement compris): 1,2mm

Congés de raccordement:  $R=0,1\text{mm}$

**Figure II.8:** éprouvette multisection Ø1 montée dans les lignes de traction avec le capteur d'extensométrie.

#### II.2.2.2. Principe de dépouillement d'un essai

La charge est supposée parfaitement uniforme dans chaque section. La variation de diamètre des sections est négligée au cours de l'essai. Cette hypothèse est tout à fait valable tant que la striction de l'éprouvette n'est pas atteinte et on verra dans la suite que les valeurs de déformation atteintes sont loin de provoquer ce phénomène.

Le calcul des contraintes dépend du type d'éprouvette testé, mais dans les deux cas on utilise une hypothèse d'iso-déformation entre le substrat et la protection. Le résultat de l'annexe 8 établi dans le cas d'une sollicitation équi biaxiale, a été utilisé ici dans le cas uniaxial. On a alors:

$$d\sigma_{\text{NiAl}} = E_{\text{NiAl}} \left( d\varepsilon_{\text{méca}} - \frac{|\sigma_{\text{NiAl}}|^{n+1}}{\sigma_{\text{NiAl}} K^n} dt \right) \quad \text{II.8}$$

où  $K$  et  $n$  sont les paramètres de la loi de Norton qui décrit la viscoplasticité de NiAl.

Pour l'éprouvette multisection Ø6, la déformation acquise durant l'essai est la déformation de la section centrale de l'éprouvette. Pour calculer les déformations des autres sections, on suppose que chaque tronçon d'éprouvette, de diamètre constant, se comporte comme la section centrale. Connaissant donc la contrainte dans chacun des tronçons, la déformation peut être déduite de la courbe de traction relative à la section centrale.

Dans le cas de l'éprouvette multisection Ø1, la déformation de chaque section est déduite d'une courbe contrainte-déformation établie sur l'AM1 [001] massif à la SNECMA. La valeur obtenue sur la section centrale peut être vérifiée facilement par un calcul inverse dans le cas où le substrat reste élastique. En effet, l'allongement mesuré par l'extensomètre dans ce cas est  $\Delta l = \sum_{i=0}^3 \frac{d_0^2}{d_i^2} l_i$ , où  $d_i$  est le diamètre de la section  $i$  et  $l_i$  sa longueur.

Un seul essai de traction est nécessaire pour obtenir un encadrement de la déformation critique de la protection à une température donnée. Il est réalisé jusqu'à un niveau de déformation fixé à l'aide des données bibliographiques relatives aux propriétés d'aluminiures de nickel de composition voisine. Après cette sollicitation, la surface de l'éprouvette est observée en microscopie électronique à balayage suivant 4 génératrices séparées d'un angle de  $\pi/2$ . La direction principale des fissures étant perpendiculaire à l'axe de sollicitation et les fissures étant de très grande longueur, l'observation de quatre génératrices est une bonne discrétisation de la surface qui permet d'intercepter toutes les fissures.

Ces observations permettent d'obtenir l'encadrement de la déformation critique de la protection. La borne supérieure est la déformation de la plus petite section fissurée et la borne inférieure est la déformation de la plus grande section non fissurée.

## **II.2.3 Résultats**

### **II.2.3.1. Caractéristiques des essais réalisés**

Le tableau II.1 résume les essais réalisés sur les protections C1A ou CN22 avec l'une ou l'autre des géométries d'éprouvette.

Nature de la protection	type d'éprouvette	Température (°C)	$\varepsilon_{\text{max}}$ (%)	Min( $\varepsilon_c$ ) (%)	Max( $\varepsilon_c$ ) (%)
C1A <sup>(1)</sup>	Ø6	25	3	0,64	0,69
C1A <sup>(1)</sup>	Ø6	400	2	0,73	0,8

C1A <sup>(1)</sup>	Ø6	650	3,25	0,85	0,989
C1A <sup>(1)</sup>	Ø6	750	2,5	1	1,26
C1A <sup>(1)</sup>	Ø6	775	2,35	1,3	1,44
CN22	Ø6	25	0,7	0,54	0,563
CN22	Ø6	650	0,95	0,728	0,769
CN22	Ø6	750	0,92	0,766	0,81
CN22	Ø6	800	3,4	1,58	3,4
C1A <sup>(2)</sup>	Ø1	25	0,85	0,68	0,85
C1A <sup>(2)</sup>	Ø1	25	>1	0,52	0,76
CN22 <sup>(2)</sup>	Ø1	25	0,6	0,6	/
CN22 <sup>(2)</sup>	Ø1	25	0,65	0,44	0,65

(1): d'après Chataigner (documents interne ENSMP)

(2): 4 essais ont été réalisés sur chaque protection. Seuls les deux essais donnant l'encadrement de  $\epsilon_c$  figurent dans ce tableau.

**Tableau II.1:** essais de traction monotone sur l'AM1 revêtu par la protection C1A ou CN22.

### II.2.3.2. Fissuration

#### *II.2.3.2.1. Observations*

Les observations sont toutes relatives à des fissures formées dans le domaine fragile. La figure II.9 montre un exemple typique de fissures observées en surface de l'éprouvette multisection Ø6.

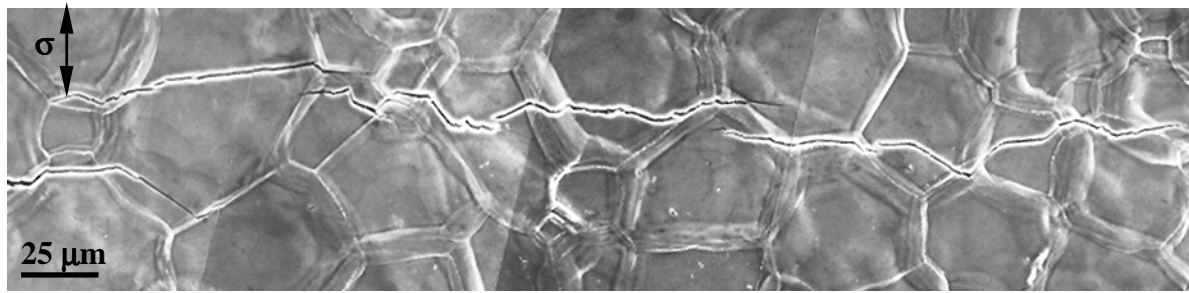
A la surface des éprouvettes, la fissuration est principalement transgranulaire avec quelques passages dans les joints de grains. Son allure est similaire pour les protections C1A et CN22 et pour toutes les températures testées. La direction principale des fissures est perpendiculaire à l'axe de sollicitation et les fissures sont très longues. Certaines font presque le tour du fût de l'éprouvette.

En revanche, l'allure des fissures observées en coupe dépend de la température de l'essai. A température ambiante, la fissure traverse les sous-couches externe et interne et ne dépasse pas l'interface substrat/sous-couche (figure II.10 gauche). Elle est quasiment rectiligne. A 750°C, il semble que la sous-couche interne et la sous-couche externe ne se comportent pas de la même façon. Les fissures sont généralement localisées dans l'une ou l'autre des deux parties de la sous-couche mais sont rarement totalement traversantes comme le montre la figure II.10 droite.

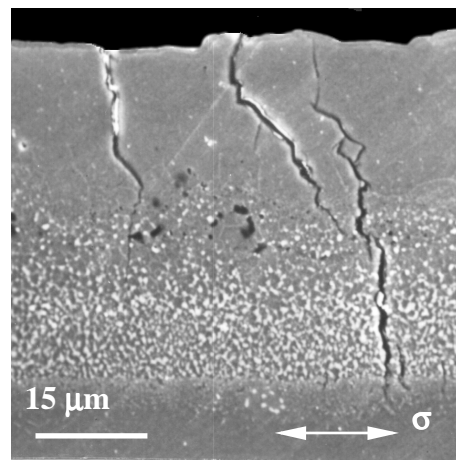
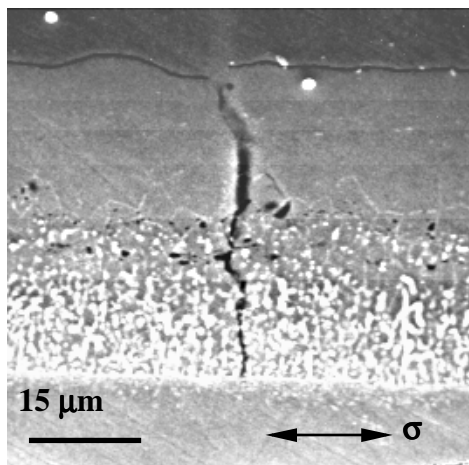
La pointe des fissures localisées dans la sous-couche interne se fond dans le substrat en dépassant l'interface substrat/sous-couche de quelques microns.

D'après les observations de la surface de l'éprouvette, le clivage d'un ou de plusieurs grains de NiAl semble être le mécanisme d'amorçage de la fissuration. La propagation semble

être brutale. Aucune fissure n'a pu être observée avant que sa longueur n'atteigne une fraction importante du périmètre du fût de l'éprouvette.



**Figure II.9:** fissuration en surface de la protection C1A après traction monotone à température ambiante.  $\dot{\epsilon} = 1,25 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$  et  $\epsilon_{\text{max}} = 3\%$ .



**Figure II.10:** fissuration en coupe transversale de la protection CN22 après traction monotone à température ambiante.,  $\dot{\epsilon} = 1,25 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ ,  $\epsilon_{\text{max}} = 0,7\%$  (gauche) et après traction monotone à  $750^\circ\text{C}$ ,  $\dot{\epsilon} = 1,25 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ ,  $\epsilon_{\text{max}} = 1,21\%$  (droite).

Dans le domaine fragile, la protection et le substrat restent élastiques jusqu'à la rupture de la protection. En supposant que l'orientation des grains de la protection soit aléatoire, le clivage d'un grain bien orienté constitue un site d'amorçage qui s'apparente à une fissure entièrement localisée dans la protection.

D'après les modèles théoriques exposés dans le paragraphe II.1.3, la pointe de fissure en propagation transverse atteint l'interface entre la protection et le substrat lorsque la protection est moins complaisante que le substrat, ce qui est le cas de l'aluminium de nickel par rapport à l'AM1 dans le domaine élastique. Lorsqu'une fissure nouvellement amorcée atteint l'interface, son paramètre de Dundurs  $\alpha$  (expression II.3) est infiniment proche de 1. La figure II.5 montre que lorsque  $a/h$  est très proche de 1, l'énergie disponible pour une fissure en surface est presque à son maximum tandis que l'énergie disponible pour la fissuration transverse tend vers zéro.

Pour accorder la théorie à l'expérience, la propagation stationnaire en surface doit avoir lieu à une vitesse extrêmement importante. Cependant, le modèle théorique ne traduit



pas tout à fait la réalité où la protection polycristalline est hétérogène et où de multiples amorçages peuvent se produire simultanément pour développer des fissures qui coalescent, augmentant ainsi la vitesse d'extension de la fissure macroscopique.

Proche de la température de transition ductile-fragile, les sous-couches interne et externe semblent présenter des caractéristiques différentes. La sous-couche interne comporte un nombre de fissures plus faible que la sous-couche externe mais celles-ci sont plus ouvertes. La ductilité de la sous-couche interne semble augmenter plus vite que celle de la sous-couche externe. Les niveaux de chargement appliqués sont insuffisants pour provoquer une bifurcation de la fissure à l'interface substrat/sous-couche mais il semble toutefois que le mécanisme s'oriente vers la pénétration de la fissure dans le substrat. Cette tendance est accrue à 750°C où la matrice de la sous-couche interne qui fissure présente peut être des caractéristiques proches de celle du substrat. D'après la figure II.6, un paramètre de Dundurs  $\alpha$ , proche de 0 serait plutôt en faveur d'une pénétration dans le substrat.

#### II.2.3.2.2. Le clivage

La nucléation d'une fissure de clivage est due à la plasticité par glissement ou par maclage (Knott, 1993). Les modèles de clivage font tous intervenir le blocage d'une bande de glissement ou d'un macle par un obstacle tel qu'un joint de grain ou un précipité.

Dans le cas d'une bande de glissement, s'il existe une source de Franck-Read au sein d'un grain, l'empilement de dislocation aux deux extrémités de la bande induit une forte concentration de contraintes. Une contrainte de cisaillement microscopique, résultant de la contrainte de traction macroscopique, agit sur la bande de glissement. Puisque le glissement a lieu par le mouvement des dislocations, la contrainte de cisaillement s'oppose à la résistance intrinsèque du réseau au glissement (Force de Peirls-Nabarro) et par d'éventuels obstacles. La distribution de contraintes autour d'une bande de glissement est donnée par la relation II.9.

$$\sigma_{12} = \frac{K_{II}}{\sqrt{2\pi r}} f_1(\theta) + \alpha(r^{-1/2k}) \quad \text{II.9}$$

où  $K_{II}$  est le facteur d'intensité de contrainte en mode II de la forme  $(\tau - \tau_i)\sqrt{\pi d/2}$

$\tau$  est la contrainte de cisaillement s'appliquant sur la bande;

$\tau_i$  est la résistance du réseau (force de Peirls et Nabarro);

$d$  est la largeur du grain traversé par la bande de glissement;

$\alpha$  représente un équivalent de  $r^{-1/2k}$ ,  $k \in \mathbb{N}^* \setminus \{1\}$ .

Ces résultats sont à l'origine de la modélisation de la limite d'élasticité et du comportement à rupture.

La limite d'élasticité est décrite par la relation de Hall-Petch (Hall 1951 et Petch 1953) qui découle de cette théorie. Elle quantifie la propagation d'une bande de Lüders le long

d'une éprouvette de traction à sa limite d'élasticité. Il a été montré au chapitre I que les aluminiums de nickel polycristallins obéissent effectivement à cette loi (Schulson, Barker 1983 et Baker, Nagpal, Liu, Munroe 1991).

Le comportement à rupture par clivage fait l'objet de nombreuses théories (Stroh 1954, Cottrell 1958, Smith 1966). La théorie de Cottrell (1958), comme l'illustre la figure II.11, repose sur l'interaction des dislocations lors de la nucléation de la fissure de clivage. Des dislocations de vecteur de Burger  $\frac{a}{2}\langle\bar{1}\bar{1}1\rangle$  glissant dans des plans de la famille  $\{101\}$ , la réaction donnée par l'expression II.10 peut avoir lieu à l'intersection entre deux plans.



La formation de la dislocation résultante s'accompagne d'une diminution de l'énergie du système. C'est une dislocation coin sessile dont le vecteur de Burger est normal au plan (001). L'énergie libérée contribue à la nucléation de la fissure de clivage.

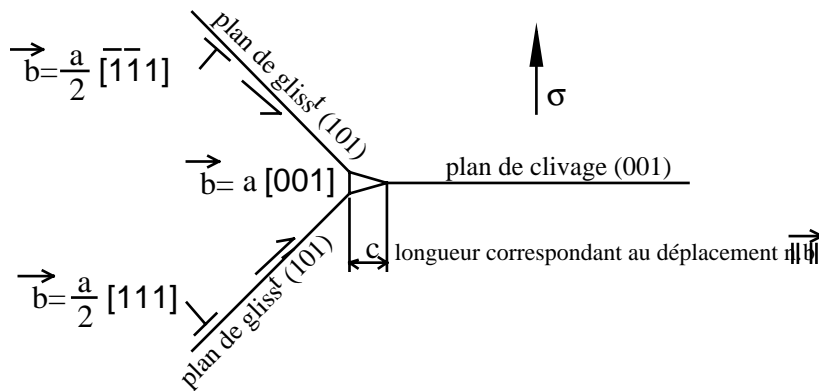
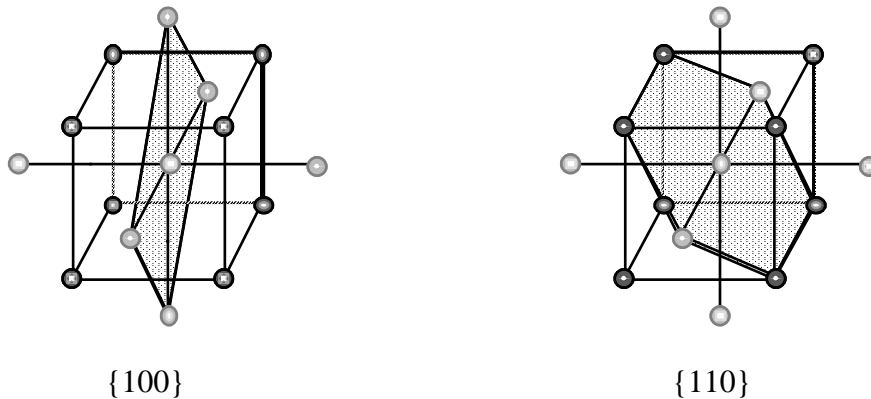


Figure II.11: modèle de Cottrell de la rupture par clivage.

La théorie ne semble pas vérifiée dans NiAl puisque Chang, Darolia et Lipsitt (1992) montrent que le clivage de monocristaux de NiAl a lieu de manière privilégiée selon les plans  $\{110\}$ . Il existe également des plans de clivage  $\{511\}$  transitoires au début de la rupture qui, il faut le remarquer, sont proches de  $\{100\}$ .

Gilman (1962) propose une approche simple qui considère que le numéro de coordination de la structure B2 est 14 comme le recommande Pauling et compare l'énergie de surface des familles  $\{110\}$  à celle des familles  $\{100\}$  en calculant la densité de liaison rompue entre un atome et ses plus proches voisins ainsi que ses seconds voisins. La figure II.12 montre que pour chaque atome du plan (100), les liaisons entre quatre plus proches voisins et un voisin secondaire sont rompues. Sur le plan (110), seules les liaisons entre 2 plus proches voisins et deux voisins secondaires sont rompues. Ainsi, la nature de la liaison,

ionique ou covalente entre l'atome d'aluminium et le métal de transition dans le réseau B2 serait le paramètre qui détermine les propriétés physiques et mécaniques.



**Figure II.12:** familles cristallines {100} et {110} dans un réseau B2.

Il n'existe pas d'explication claire concernant l'apparition transitoire de plans de clivage {511} mais ils pourraient être liés au taux de déformation plastique créé avant le clivage.

### II.2.3.3 Déformation critique

#### *II.2.3.3.1. Evolution de la déformation critique avec la température sur la géométrie Ø6*

Les essais effectués sur les éprouvettes multisection Ø6 nous permettent de tracer les courbes de transition ductile-fragile pour les protections C1A et CN22 représentées en figure II.13.

Dans le domaine fragile, les barres d'erreur relatives au revêtement C1A sont plus importantes que celles du revêtement CN22. Ceci est dû au fait que les essais sur C1A avaient été conduits (Chataigner, documents internes ENSMP) sur des éprouvettes dont le rapport de surface entre deux sections consécutives valait 0,9. Pour la protection CN22, l'éprouvette a été modifiée pour obtenir un rapport de 0,95 et donc des barres d'erreur plus étroites. Lorsque le substrat commence à être plastifié, les barres d'erreur deviennent très importantes en raison de l'écrouissage.

La déformation critique de la protection C1A dans le domaine fragile, entre 25°C et 650°C, s'étend de 0,67% à 0,9%. Pour la protection CN22, la fragilité à basse température est légèrement accrue et s'étend de 0,55% à 0,74%.

Alpérine, Steinmetz, Josso et Costantini (1989) justifient la fragilité des aluminures modifiés par le platine et déposés par cémentation en caisse basse activité par leur caractère biphasé qui fait apparaître des précipités de  $\text{PtAl}_2$  fragiles.

La température de transition ductile-fragile semble identique pour les deux protections et se situe aux alentours de 750°C.

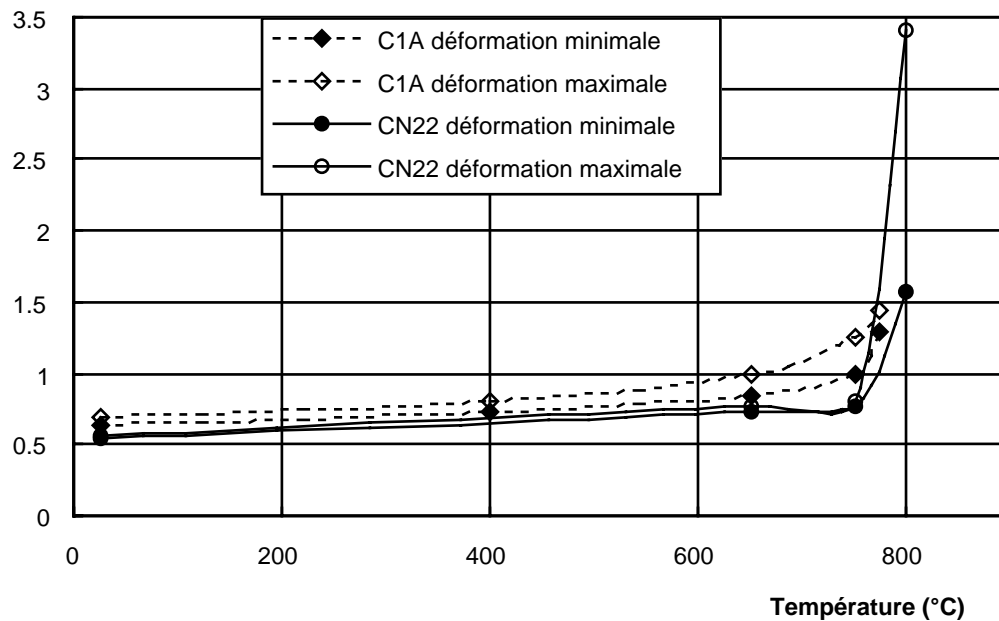


Figure II.13: courbes de transition ductile-fragile des protections C1A et CN22 sur l'AM1.

#### II.2.3.3.2. Comparaison des résultats obtenus à 25°C sur les géométries Ø6 et Ø1

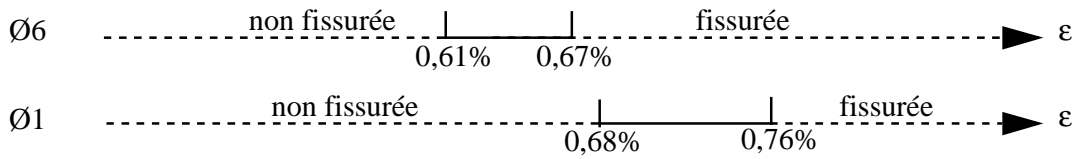
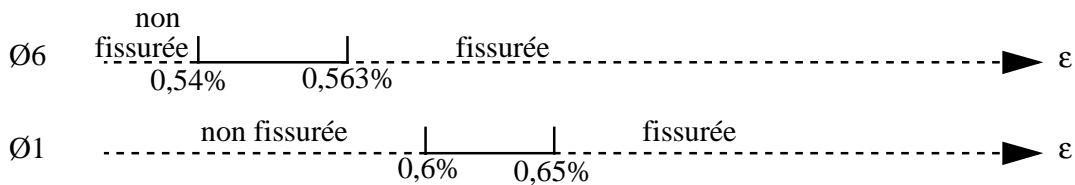
Il est intéressant de noter qu'un essai de traction conduit sur une éprouvette multisection Ø1, permet bien de retrouver les caractéristiques macroscopiques de l'AM1. Les propriétés du substrat ne sont donc pas affectées par l'élaboration de l'éprouvette de telle sorte qu'il est possible de dissocier des résultats obtenus sur le composite, en utilisant les données de l'AM1 décrites au chapitre 1.

La figure II.14 compare les encadrements obtenus par les essais sur éprouvettes multisection Ø6 et multisection Ø1. Pour les deux protections C1A et CN22, la déformation critique moyenne augmente lorsque la taille de l'éprouvette diminue.

Pour la protection C1A,  $\epsilon_{c,moy,\delta 6}=0,64\%$ ;  $\epsilon_{c,moy,\delta 1}=0,72\%$ .

Pour la protection CN22,  $\epsilon_{c,moy,\delta 6}=0,55\%$ ;  $\epsilon_{c,moy,\delta 1}=0,625\%$ .

Dans toute la suite de l'étude, la déformation critique utilisée dans les calculs tiendra compte du volume de matière considéré. Ce phénomène, qui résulte d'un effet de volume, est développé dans le paragraphe suivant.

**Protection C1A****Protection CN22**

**Figure II.14:** intervalle d'erreur sur la déformation critique des protections C1A et CN22 mesurées à l'aide des éprouvettes multisection Ø6 et Ø1.

### II.2.4. Effet de volume

La contrainte critique moyenne de l'éprouvette multisection Ø1 est supérieure à celle de l'éprouvette multisection Ø6. En considérant uniquement la rupture de la protection de la section centrale de chacune de deux éprouvettes, le volume de protection qui subit la sollicitation peut être estimé en calculant le volume d'une couronne dont l'épaisseur est l'épaisseur de la protection et dont la hauteur est la longueur de la partie utile de la section centrale.

Les épaisseurs moyennes de protection ont été mesurées au microscope optique. Les volumes correspondant aux éprouvettes multisection Ø1 et Ø6 sont respectivement  $0,0942\text{mm}^3$  et  $4,71\text{mm}^3$ .

Ainsi, la sollicitation d'un volume de matière plus important conduit à une diminution de la contrainte critique moyenne. Ceci peut s'expliquer de manière probabiliste. Dans le paragraphe I.2.3.1.3, l'expression I.6 relie la limite d'élasticité du polycristal de NiAl à la taille moyenne des grains. Dans le cas des protections, l'amorçage de la fissuration semble avoir lieu par le clivage d'un ou plusieurs grains. La relation de Hall-Petch peut donc être adaptée au cas de l'étude, où la déformation critique de clivage sera liée à la taille moyenne des grains de la protection. Lorsque le volume de matière augmente, la probabilité de trouver un grain de grande taille augmente et la déformation critique s'en trouve diminuée.

#### II.2.4.1 Statistique de Weibull

La rupture des matériaux fragiles, induite par une distribution de défauts, est communément décrite par la statistique de Weibull (Weibull, 1951). Elle s'appuie sur la théorie du maillon le plus faible. La structure étudiée est supposée constituée de  $N$  maillons indépendants du point de vue probabiliste. Ces maillons sont associés en série si bien que la rupture du maillon le plus faible entraîne la rupture de la structure.

Chaque maillon est affecté d'une probabilité de rupture  $G(\sigma)$  sous une contrainte  $\sigma$  donnée. L'hypothèse d'indépendance des événements de non-rupture permet d'exprimer la probabilité de rupture de l'ensemble:

$$P_r(\sigma) = 1 - (1 - G(\sigma))^N = 1 - e^{-N \cdot f(\sigma)} \quad \text{II.11}$$

$$\text{où } f(\sigma) = \frac{1}{1 - G(\sigma)}$$

L'expression II.11 montre que la probabilité de rupture augmente avec le nombre de maillons  $N$ , donc avec le volume sollicité.

Weibull a proposé la forme donnée dans l'expression II.12 pour la fonction  $f$ .

$$f(\sigma) = \left( \frac{\sigma - \sigma_0}{K} \right)^m \quad \text{II.12}$$

La probabilité de rupture d'un échantillon de volume  $V$  soumis à la contrainte macroscopique  $\sigma$  peut donc s'écrire:

$$P_r = P\{\sigma \geq \sigma_c(V)\} = 1 - e^{-\left(\frac{\sigma - \sigma_0}{K}\right)^m V} \quad \text{II.13}$$

où  $\sigma_0$  représente le seuil de contrainte en-dessous duquel la probabilité de rupture est nulle;

$K$  est un facteur d'échelle sans signification physique directe;

$m$  est le module de Weibull, il caractérise la dispersion.

En supposant que la probabilité de rupture d'un volume  $V_1$  soumis à une contrainte  $\sigma_1$  est égale à la probabilité de rupture d'un volume  $V_2$  sous une contrainte  $\sigma_2$ , on aboutit à l'expression II.14.

$$\frac{\sigma_2}{\sigma_1} = \left( \frac{V_1}{V_2} \right)^{1/m} \quad \text{II.14}$$

L'application de ce modèle nécessite le respect de certaines hypothèses: le champ de contraintes doit présenter des gradients suffisamment faibles pour que chaque maillon puisse être considéré dans un état de contrainte uniforme; les maillons sont supposés indépendants du point de vue statistique, ce qui exclut toute interaction; tous les maillons possèdent la même probabilité de rupture lorsqu'il sont soumis à la même contrainte, la répartition de taille de grains est donc supposée homogène et isotrope dans le matériau.

Dans ce travail, le modèle de Weibull est appliqué à la protection, considérée comme un milieu homogène équivalent et bidimensionnel. Tout effet d'épaisseur de la protection est négligé et on raisonne uniquement sur des observations surfaciques.

L'orientation des grains est supposée isotrope.

### II.2.4.2 Module de Weibull issu des déformation critiques

A condition de rester dans le domaine élastique de la protection jusqu'à la rupture, hypothèse justifiée à basse température puisque la protection est fragile, la relation II.14 devient:

$$\frac{\epsilon_{c,2}}{\epsilon_{c,1}} = \left( \frac{V_1}{V_2} \right)^{1/m} \quad \text{II.15}$$

Le module de Weibull est identifié par les essais à 25°C et il sera considéré constant dans tout le domaine de fragilité de la protection, c'est à dire de la température ambiante jusqu'à la température de transition ductile-fragile.

Identifié pour chacune des protections C1A et CN22, le module de Weibull vaut respectivement 33,2 et 30,6.

Ces valeurs sont assez élevées. Elles s'approchent des modules obtenus pour des aciers et non pour des céramiques habituelles où la dispersion des tailles de défauts est grande, (bien que certaines céramiques puissent aussi présenter des modules supérieurs à 20) . Cependant, la grande incertitude liée aux essais peut être mise en cause.

En considérant les valeurs extrêmes des intervalles de contraintes critiques, le module de Weibull est compris entre 17,8 et 264 pour C1A et entre 21 et 61 pour CN22.

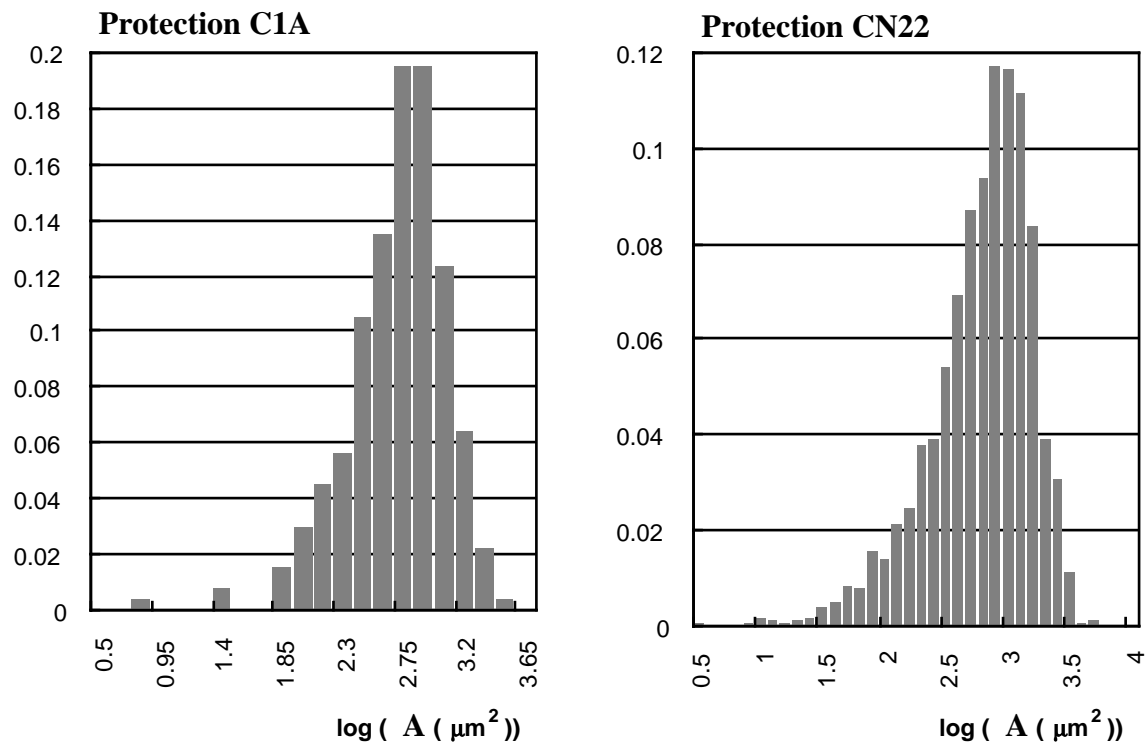
Une autre méthode est donc encore nécessaire pour confirmer un ordre de grandeur du module de Weibull.

### II.2.4.3 Module de Weibull issu de la distribution de tailles de grains.

La distribution de l'aire des grains de la protection a été calculée à partir de micrographies de la surface d'une éprouvette multisection Ø6. Les photographies sont numérisées mais l'emplacement des joints de grains doit être marqué à la main. Ensuite un logiciel d'analyse d'images permet de compter le nombre de pixels contenus dans chaque grain complet sur l'image et en déduit la surface du grain.

80 photographies surfaciques à l'échelle 1:284 de la protection CN22 ont été numérisées, ce qui permet d'effectuer une statistique sur 3150 grains. Pour la protection C1A, 60 photographies à l'échelle 1:694 ont été utilisées pour donner un total de 332 grains.

La figure II.15 présente les histogrammes du logarithme décimal des aires des grains.



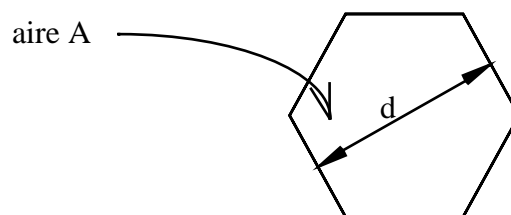
**Figure II.15:** histogrammes des aires des grains d'aluminium de nickel à la surface de l'éprouvette multisection Ø6.

Les grandeurs caractéristiques des distributions de la figure II.15 sont reportées dans le tableau II.2.

Protection	Moyenne	Ecart-type	Médiane	Inf	Sup	nb mesures
C1A	566	392	493	6	2419	332
CN22	761	578	644	2,9	4662	3150

**Tableau II.2:** Grandeurs caractéristiques (en  $\mu\text{m}^2$ ) des distributions d'aires des grains d'aluminium de nickel à la surface de l'éprouvette multisection Ø6.

Une taille de grains monodimensionnelle est définie à partir de l'aire des grains en supposant que chaque grain a la géométrie d'un hexagone régulier. Dans la suite, l'évocation de la taille de grains ou du diamètre des grains, se rapporte à la grandeur  $d$  définie par le schéma de la figure II.16.



**Figure II.16** schématisation des grains des protections d'aluminium de nickel



Le diamètre  $d$  se déduit de l'aire  $A$  par la relation  $d = \sqrt{\frac{2A}{\sqrt{3}}}$ . En supposant qu'une loi de type Hall-Petch (expression II.16) s'applique, la probabilité de rupture d'un grain (et donc de l'ensemble de la protection) à une déformation critique donnée est la probabilité qu'il existe au moins un grain de taille supérieure à la taille critique à ce niveau de déformation, ce qui est exprimé par l'expression II.17.

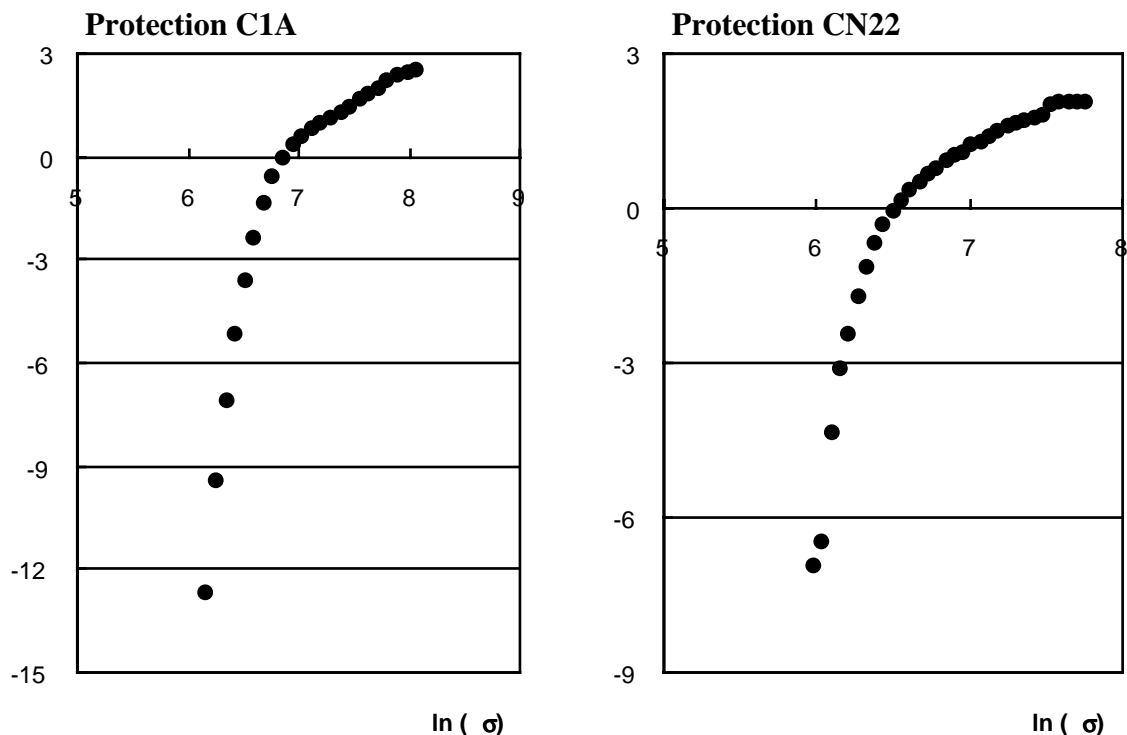
$$\varepsilon = kd^{-1/2} + \varepsilon_0 \quad \text{II.16}$$

$$P_r = P(\exists d/d > d_c) \quad \text{II.17}$$

où  $d_c$  est déduit de l'expression II.6 lorsque  $\varepsilon = \varepsilon_c$ .

Le module de Weibull peut être obtenu par la représentation graphique de la fonction  $f: \ln(\sigma) \mapsto \ln(\ln(1-P_r))$  en figure II.17. Pour cela, le paramètre  $k$  a dû être identifié. En l'absence de données expérimentales complètes, une hypothèse de calcul a été faite: la probabilité d'avoir au moins un grain de la protection, dont la taille est supérieure à la taille de grain qui correspond à la contrainte critique mesurée lors des essais de traction monotone sur les éprouvettes multisection, est supposée être égale à 0,9. Enfin, la déformation  $\varepsilon_0$  a été négligée dans l'expression II.16.

Le paramètre  $k$  ainsi identifié vaut 4400 m.Pa pour la protection C1A et 3250 m.Pa pour la protection CN22.



**Figure II.17:** représentation graphique de la fonction  $\ln(\sigma) \mapsto \ln(\ln(1-P_r))$  pour les deux protections d'aluminium de nickel.

La figure II.17 montre que les distributions de tailles de grains sont bi-modales. En toute rigueur, une statistique de Weibull à 3 paramètres, comme celle qui est utilisée ici, ne

permet pas de décrire le problème et il faudrait introduire une statistique de Weibull à 6 paramètres, dont deux modules. Les deux pentes de la courbe correspondent respectivement à une distribution de petits grains et à une distribution de gros grains. Les deux modules d'une statistique de Weibull à 6 paramètres sont les deux valeurs des pentes. Lors d'un problème s'intéressant à la rupture de la protection, la distribution de gros grains serait de toute façon la distribution critique vis à vis d'un critère de rupture. On considèrera donc que ce problème peut être décrit par un module de Weibull unique défini par la pente des courbes correspondant aux gros grains.

Les modules de Weibull déduits des courbes de la figure II.6 sont  $m=25$  pour la protection C1A et  $m=21$  pour la protection CN22. La dispersion de taille de grain et donc l'effet de volume sont moins importants dans ce cas que pour une céramique où le module de Weibull peut descendre à quelques unités seulement.

#### II.2.4.4. Comparaison des deux méthodes

Chaque méthode présente des inconvénients qui lui sont propres mais la première approximation qui est peut être faite dans cette analyse est d'exprimer la statistique de rupture de la protection par une statistique de Weibull. On restera donc sur cette hypothèse tout à fait empirique. La détermination d'un module de Weibull à l'aide de la distribution de tailles de grains comporte de nombreux intermédiaires de calculs qui font l'objet d'hypothèses empiriques à chaque étape. Ainsi, une loi de Hall-Petch simplifiée est utilisée et identifiée en se basant sur une probabilité de rupture hypothétique. De plus, la distribution bi-modale est décrite par un paramètre unique.

La méthode qui repose sur les essais de traction monotone sur deux tailles d'éprouvettes différentes est certainement plus fiable mais elle demande de nombreux essais pour obtenir un encadrement assez serré. Son coût est très élevé car l'usinage par rectification cylindrique d'un monocristal de 1mm de diamètre demandant une extrême délicatesse. De plus, il arrive que la protection soit déjà fissurée avant tout essai mécanique. Ceci est probablement dû au fait que les déformations relatives entre la protection et le substrat sont très importantes lorsque le volume de substrat devient comparable au volume de protection.

Quoi qu'il en soit, le recoupement des résultats permet tout de même d'obtenir un ordre de grandeur d'un paramètre qui décrira l'effet de volume sur la contrainte critique des protections à température ambiante. En comparant les modules obtenus pour les deux protections, ceux de la protection CN22 sont plus faibles quelle que soit la méthode. Ce résultat pourrait à nouveau évoquer la fragilité accrue de CN22 par rapport à C1A.

Toutefois, compte tenu des incertitudes, la valeur unique de  $m=25$  sera retenue.

De plus cette valeur obtenue à 25°C sera extrapolée dans tout le domaine fragile des protections c'est à dire de 25°C à 750°C.

Dans toute la suite, la déformation critique des protections dans leur domaine fragile tiendra compte du volume de protection sollicité en accord avec l'expression II.15.

## **II.3. Propriétés viscoplastiques d'un aluminiure de nickel en couche mince: cas de C1A**

### **II.3.1. Introduction**

Les propriétés viscoplastiques de la sous-couche qui ont été présentées au chapitre 1 et qui sont issues de la bibliographie, sont en fait établies à partir de polycristaux d'aluminiure de nickel souvent élaborés par métallurgie des poudres. Les propriétés de la sous-couche et du revêtement C1A, dont la composition chimique et les modes d'élaboration sont différents, peuvent s'écarter de ces données bibliographiques.

Le but de ce paragraphe est de présenter une méthode expérimentale, mise au point dans cette étude, qui permet d'appréhender quelques propriétés de fluage de l'aluminiure de nickel C1A sur son substrat l'AM1. Une loi de fluage de type Norton a été identifiée à partir de ces essais et sera comparée à la loi de la bibliographie (expression I.7).

### **II.3.2. Procédure expérimentale**

#### **II.3.2.1 Définition des éprouvettes**

Les éprouvettes qui ont été conçues pour cette procédure possèdent une géométrie définie par la figure II.18. L'amarrage est assuré par les queues d'aronde dont la fabrication demande une tolérance de symétrie très sévère par rapport à l'axe de symétrie longitudinal de l'éprouvette, qui suit la direction cristallographique [001] de l'AM1. Cette tolérance assure une sollicitation de traction pure sans moment de flexion dans le plan (x,y) (repère indiqué sur la figure II.18).

L'éprouvette n'est pas symétrique dans le plan (z,y). Elle possède une face plane repérée par **A**. Le positionnement de l'éprouvette dans la queue d'aronde des lignes d'amarrage, également conçues spécialement pour cet essai, s'effectue par deux appuis plans sur la surface **A**. Ce positionnement, par queue d'aronde dans le plan (x,y) et appuis plans sur la surface **A** est hyperstatique. Pour y pallier, des tolérances de fabrication très sévères sont nécessaires. Ainsi la queue d'aronde de la ligne d'amarrage et la face arrière sur laquelle s'appuie la surface **A** sont rigoureusement symétriques et parallèles par rapport à l'axe des plateaux de la machine d'essais mécaniques.

L'épaisseur de la partie utile de l'éprouvette est 0,3 mm. La tolérance de cette cote n'est pas très sévère puisqu'elle peut être mesurée après la fabrication. Par contre, Le parallélisme et la planéité de la surface par rapport à **A** sont impératifs pour que l'état de contrainte soit uniforme dans une section.

L'encastrement de l'éprouvette dans les lignes d'amarrage par l'appui plan sur la surface **A** et la vis de serrage évite tout moment de flexion dans le plan (y,z).

Enfin, le profil de l'éprouvette dans le plan (x,y) est circulaire pour permettre une déformation graduelle de la partie utile.

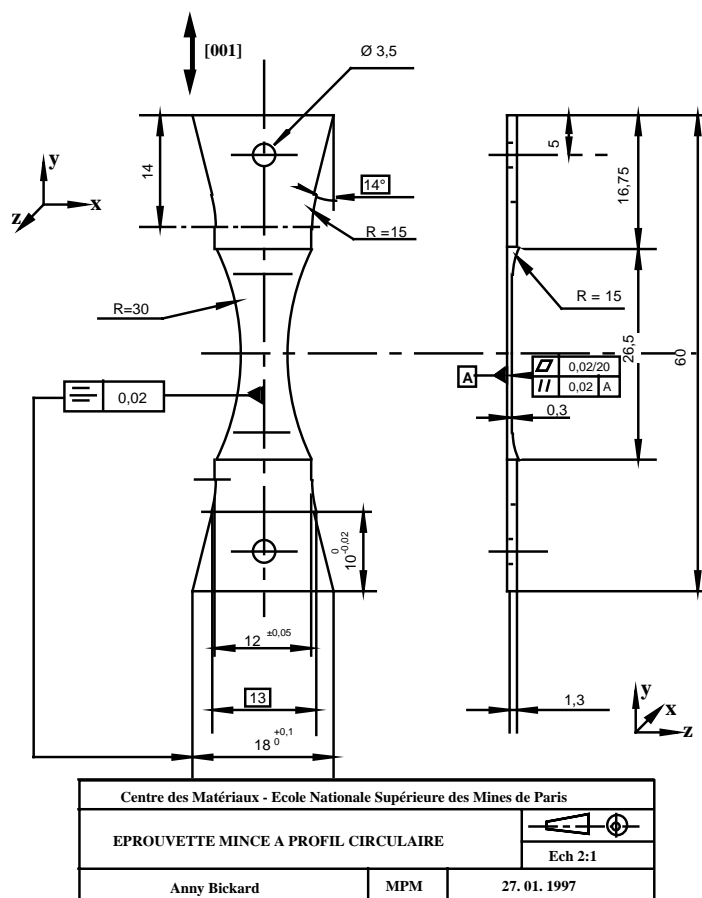


Figure II.18: dessin de définition des éprouvettes minces de fluage et photographie d'une éprouvette en place.

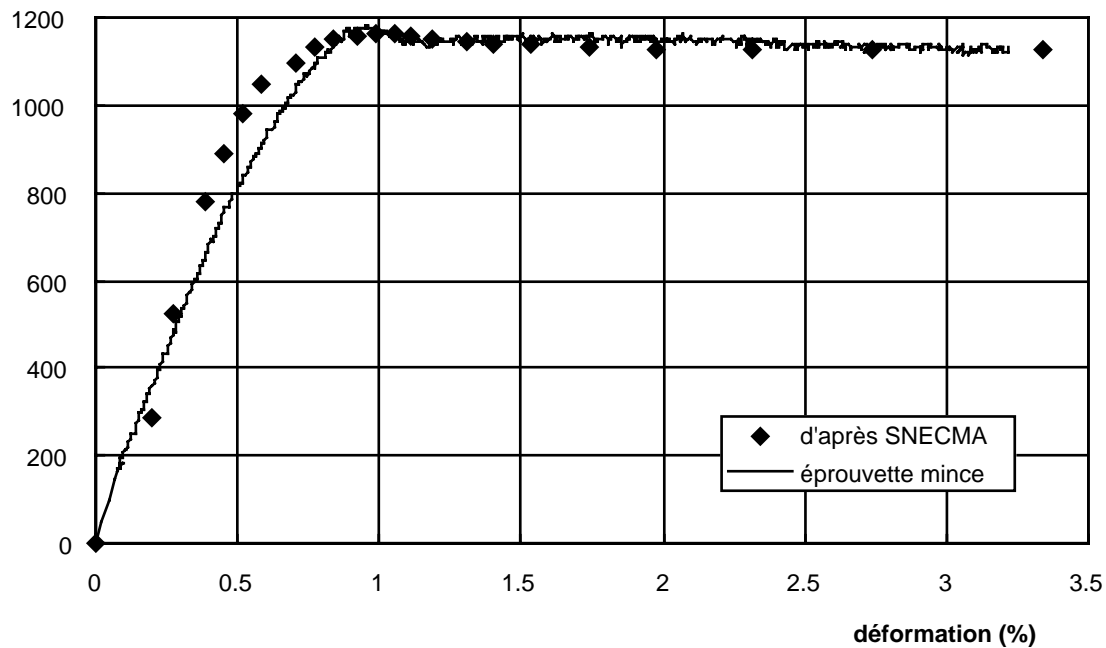
### II.3.2.2. Validation de l'expérience sur le matériau nu

Afin de vérifier que la rhéologie de l'AM1 ne soit pas affectée par la faible épaisseur de l'éprouvette, les résultats d'un essai de traction monotone réalisé à 800°C ont été comparés aux résultats connus pour l'AM1 massif sollicité selon la direction cristallographique [001].

Les éprouvettes cylindriques de traction utilisées par SNECMA pour caractériser les monocristaux massifs, ont un diamètre de 4,5mm et une longueur utile de 20mm. La courbe de traction obtenue à 800°C sur l'orientation [001] est représentée par les losanges de la figure II.19.

Un essai similaire a été conduit sur une éprouvette mince conçue pour cette étude et la courbe de traction est représentée en trait continu sur la figure II.19. Les contraintes qui y sont reportées sont relatives à la section médiane de l'éprouvette, c'est à dire la plus faible où les contraintes sont les plus importantes. Les déformations sont mesurées sur une longueur utile de 4,6mm de part et d'autre de l'axe de symétrie médian de l'éprouvette. Un capteur à quatre

branches, jouant le rôle de pinces, a été spécialement conçu pour mesurer les déformations de l'éprouvette mince à haute température.



**Figure II.19:** courbe de traction monotone de l'AM1[001] établie à 800°C à l'aide des éprouvettes minces et comparée avec les données SNECMA.

### II.3.2.3. Instrumentation et paramètres expérimentaux

Les éprouvettes sont revêtues par la protection C1A sur toutes les faces. L'usinage en rectification cylindrique suivi du traitement C1A sont susceptibles de générer des contraintes résiduelles. Ainsi, la moitié des éprouvettes présentaient une courbure importante dont la flèche atteignait 5mm ce qui rendait l'essai impossible car un moment de flexion aurait existé dès le montage de l'éprouvette dans les lignes d'amarrage d'une part et la seule flexion élastique effectuée pour redresser l'éprouvette conduit à la rupture fragile de la protection d'autre part.

Afin de mesurer des déformations locales sur la partie utile, la face plane de l'éprouvette est graduée par des micro-rayures espacées de 20  $\mu\text{m}$  réalisées sur un appareil de micro-indentation sous des charges de 50g. La position des rayures est ensuite repérée à l'aide du vernier de la table X-Y du micro-indenteur. La précision de mesure sera établie lors du second repérage après l'essai.

La température de l'éprouvette est mesurée à l'aide d'un thermocouple chromel-alumel (type K). Les fils utilisés ont un diamètre de 0,1 mm. Cela permet de souder le thermocouple avec une très faible intensité pour limiter les perturbations de la protection.

Un four quatre lobes est utilisé pour le chauffage. L'éprouvette est placée de telle sorte que les quatre tubes halogènes placés aux foyers des lobes soient répartis de manière symétrique autour de l'éprouvette.

Ainsi, deux essais ont pu être exploités, les éprouvettes ayant subi des sollicitations de fluage à 950°C sous 630N pendant 8h40 et 430N pendant 66h30. Elles seront nommées respectivement  $\alpha$  et  $\beta$ .

Nous désignerons aussi parfois les éprouvettes par la contrainte nominale F/S (rapport de la force appliquée sur la section centrale sans tenir compte de la striction) qui a été appliquée dans la section centrale de l'éprouvette.

$\alpha$ :  $\sigma_{\text{nom}} \approx 350 \text{ MPa}$ .

$\beta$ :  $\sigma_{\text{nom}} \approx 238 \text{ MPa}$ .

### **II.3.3. Résultats des essais**

Le dépouillement des essais consiste à mesurer les déformations locales de l'éprouvette entre deux rayures d'une part et à étudier les évolutions de la microstructure du matériau d'autre part. Nous allons donc identifier plusieurs zones du matériau pouvant avoir des comportements différents et quantifier leur étendue.

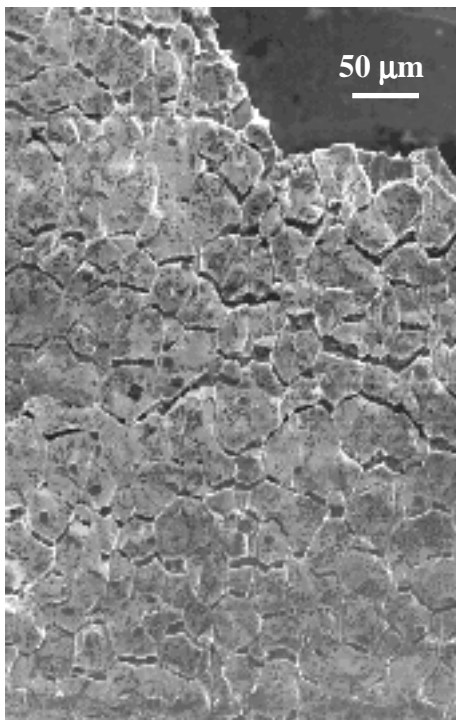
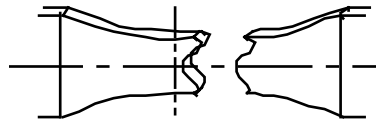
#### **II.3.3.1. Examen microstructural de la surface des éprouvettes.**

L'éprouvette  $\alpha$  (350MPa, 8h40') s'est rompue de manière non symétrique. L'examen de la surface de l'aluminium de nickel au droit de la rupture (figure II.20) montre que les grains sont fortement dissociés. Les déformations y sont très importantes et il est probable qu'aucune charge ne puisse plus être supportée par la protection qui s'est désagrégée. Nous estimons que cette zone est trop endommagée pour être analysée car nous souhaitons caractériser le comportement de la sous-couche dans le stade secondaire du fluage ou au début du stade tertiaire. La décohésion des grains est également visible sur la figure II.21 qui présente une fractographie de l'éprouvette. La porosité dans le substrat, dont les dimensions sont importantes par rapport à l'épaisseur de l'éprouvette, constitue probablement le défaut qui a provoqué la rupture dans une section de l'éprouvette qui n'est pas la section de plus faible surface. Le faciès de rupture en rivières, qui s'éloignent de la porosité de manière radiale, confirme cette hypothèse.

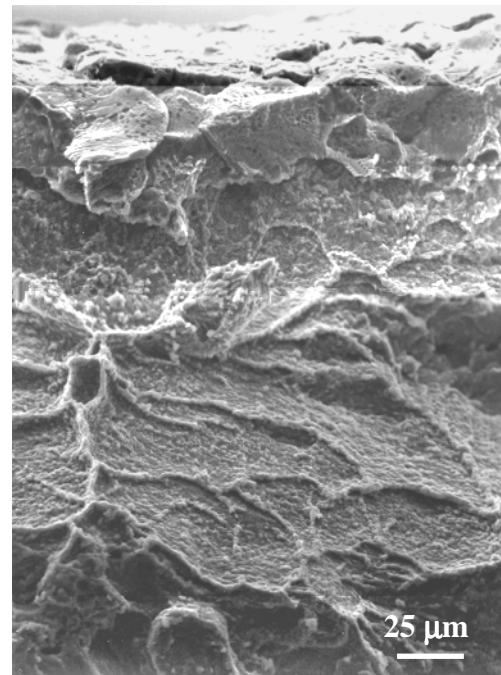
La surface de la partie centrale (section la plus faible) de l'éprouvette  $\beta$  ( $\sigma_{\text{nom}}=238\text{MPa}$ , 66h30') est représentée sur la figure II.22. Cette éprouvette ne s'est pas rompue. On peut voir l'étirement des joints de grains et la formation de porosités dans les ligaments étirés. Le stade tertiaire de fluage est probablement atteint dans la zone centrale de l'éprouvette.

Nous avons choisi d'exploiter quantitativement toute la partie utile de l'éprouvette  $\beta$  et la moitié de l'éprouvette  $\alpha$  ne contenant pas la rupture.

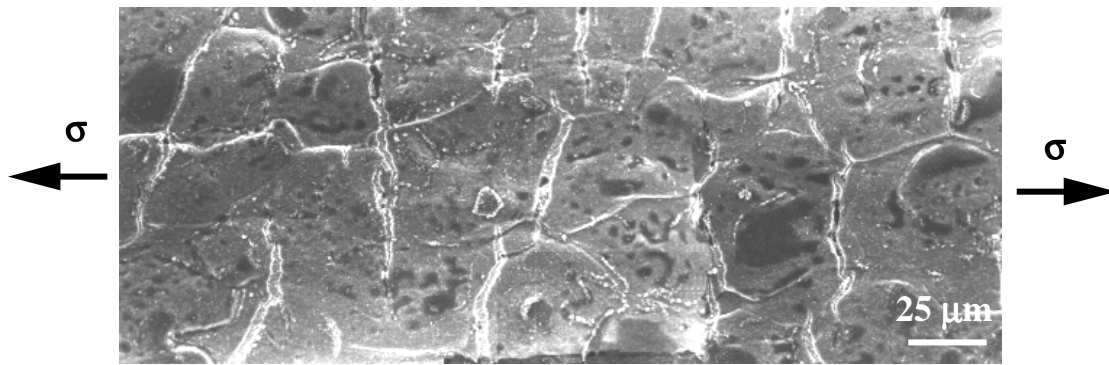
Un nouveau repérage des micro-rayures a donc été effectué. Afin de déterminer avec quelle précision la mesure pouvait être faite, plusieurs repérages successifs ont été réalisés sur une même éprouvette. Il s'avère que l'erreur de mesure peut atteindre  $1\mu\text{m}$  ce qui correspond à une déformation apparente de 5%, pour une base de mesure égale à l'intervalle entre deux rayures. Nous avons donc surestimé les possibilités d'observation en graduant la partie utile tous les  $20\mu\text{m}$ . Pour le dépouillement, la partie utile a donc été discrétisée une nouvelle fois en des intervalles plus grands. Les deux intervalles de discrétisation centraux ont été approximativement choisis de telle sorte que le rapport des contraintes maximales soit égal à 1,01. Les deux intervalles suivants sont choisis tels que le rapport des contraintes maximales nominales soit égal à 1,025. Les intervalles suivants sont choisis tels que le rapport des contraintes nominales soit égal à 1,05.



**Figure II.20:** éprouvette  $\alpha$  (fluage  $950^{\circ}\text{C}$ ,  $\sigma_{\text{nom}}=350\text{MPa}$ ,  $8\text{h}40'$ ). Surface de l'aluminiure de nickel au droit de la rupture.

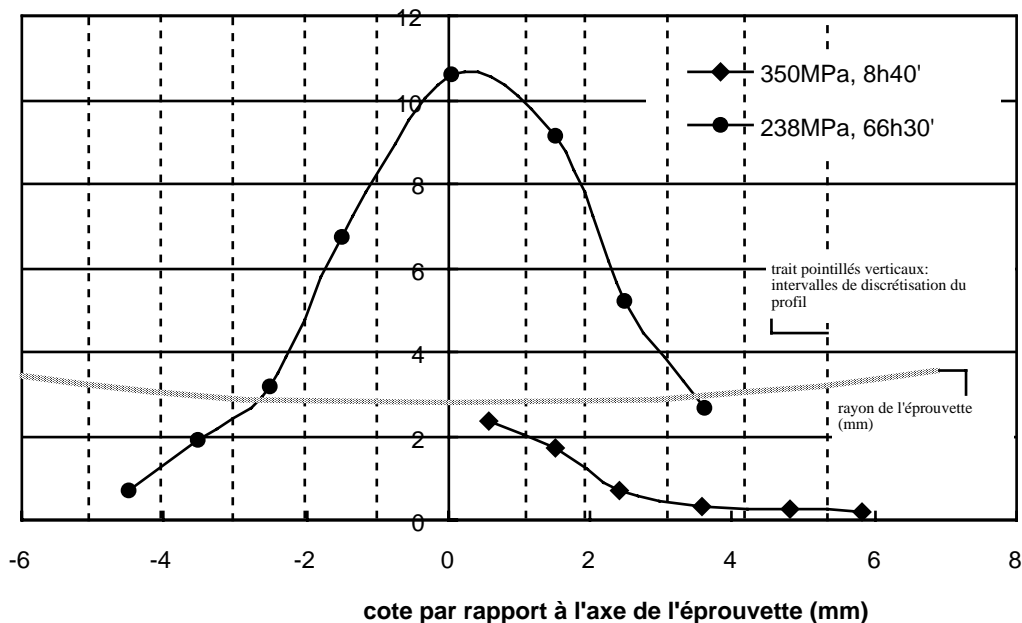


**Figure II.21:** éprouvette  $\alpha$  (fluage  $950^{\circ}\text{C}$ ,  $\sigma_{\text{nom}}=350\text{MPa}$ ,  $8\text{h}40'$ ). Fractographie du site d'amorçage sur une porosité dans le substrat.



**Figure II.22:** éprouvette  $\beta$  (fluage 950°C,  $\sigma_{nom}=238\text{MPa}$ , 66h30'). Décohésion des grains de l'aluminium de nickel dans la partie centrale de l'éprouvette (la plus fortement contrainte).

La figure II.23 montre les intervalles de discrétisation dont les bornes sont matérialisées par les lignes verticales en pointillés et les déformations mesurées sur les éprouvettes  $\alpha$  et  $\beta$ . Les valeurs relatives à ce graphe sont reportées dans le tableau II.3.



**Figure II.23:** matérialisation des intervalles de discrétisation (lignes pointillées) des éprouvette  $\alpha$  ( $\sigma_{nom}=350\text{MPa}$ , 8h40) et  $\beta$  ( $\sigma_{nom}=238\text{MPa}$ , 66h30) et déformations mesurées dans chaque intervalle (symboles pleins).

### II.3.3.2. Examen microstructural d'une coupe sagittale des éprouvettes

Les deux éprouvettes ont été découpées selon le plan de symétrie sagittal de l'éprouvette afin d'observer la microstructure des matériaux dans la section mince. L'épaisseur de  $\beta$ -NiAl (sous-couche externe), l'épaisseur de la sous-couche interne et l'épaisseur de substrat sont mesurées sur une coupe polie de l'éprouvette. L'attaque à l'eau régale révèle la morphologie des précipités  $\gamma'$  du substrat. Ainsi, le substrat qui paraissait homogène présente en fait trois zones visibles sur la figure II.24. Le coeur est constitué d'AM1 'sain' présentant des précipités  $\gamma'$  cuboïdaux non coalescés. Plus près de la sous-couche interne, une épaisseur coalescée présente des radeaux perpendiculaires à l'axe de



sollicitation de l'éprouvette. Enfin, il existe une épaisseur contenant des petits précipités  $\gamma'$  entre cette zone coalescée et la sous-couche interne.

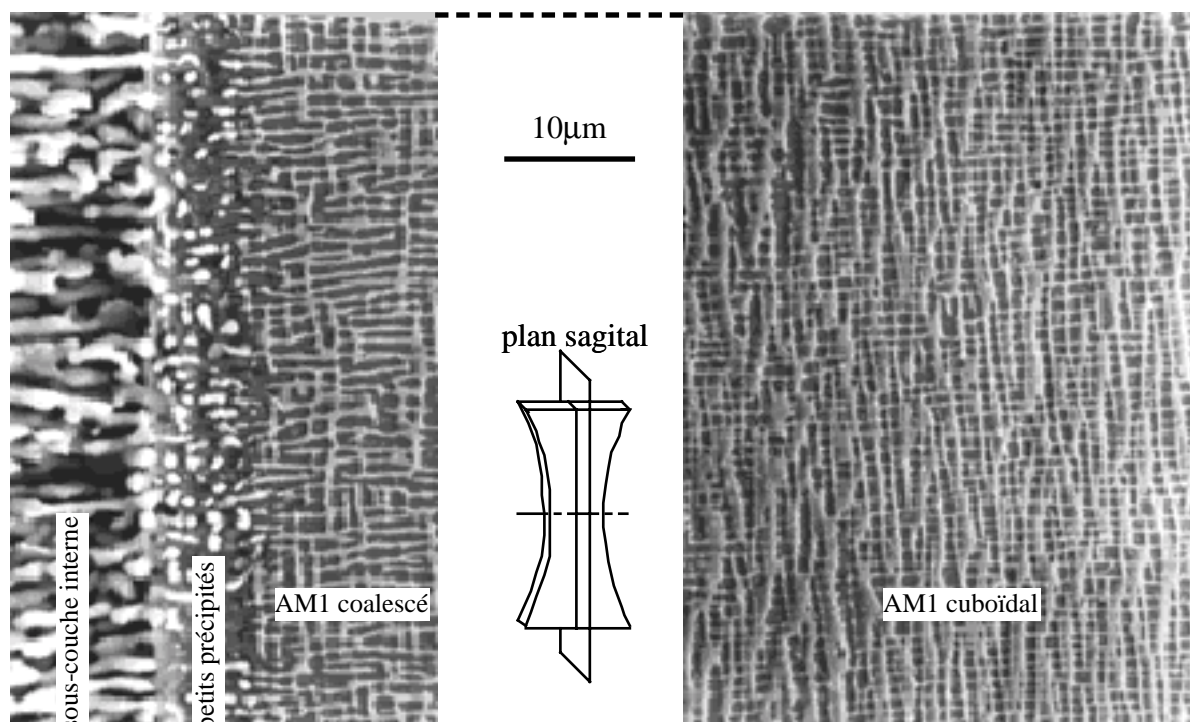
La limite entre l'AM1 sain et l'AM1 coalescé est floue de telle sorte que nous donnons une valeur approximative des épaisseurs de ces deux zones. Les limites des autres couches sont bien plus nettes

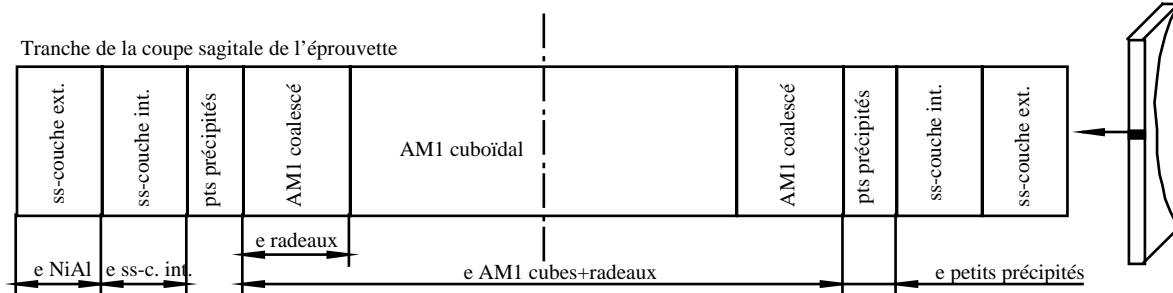
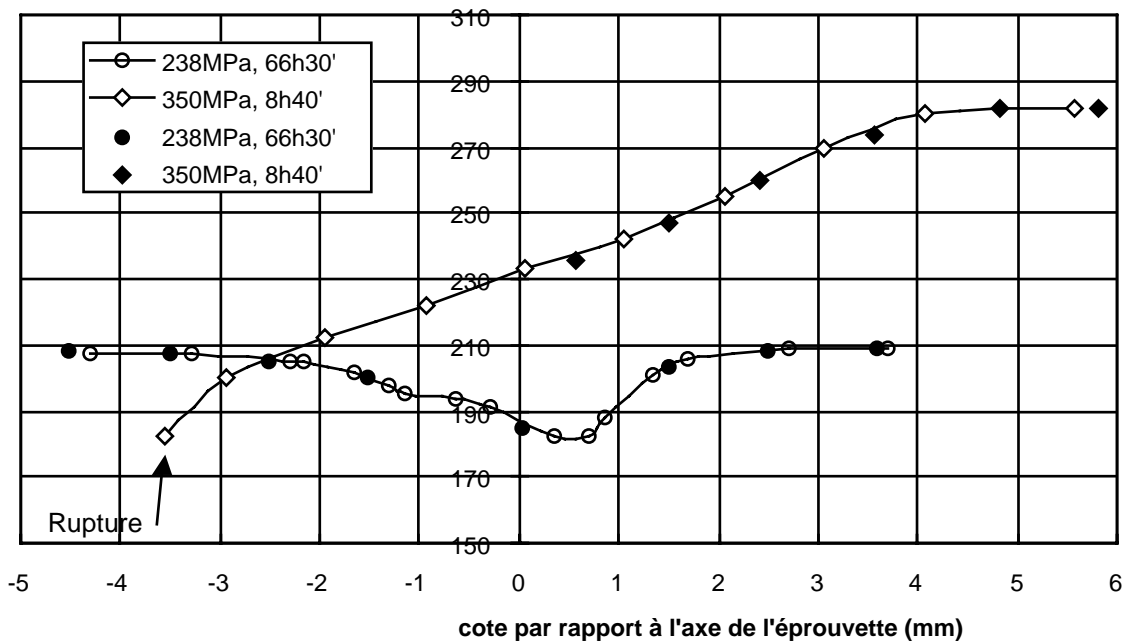
Les graphiques des figures II.25(i), II.25(ii) et II.26 donnent les épaisseurs de chaque couche en fonction de la cote de l'éprouvette par rapport au plan de symétrie transverse et placent les points relatifs aux endroits de l'éprouvette où les déformations avaient été mesurées. Deux observations sont particulièrement remarquables:

- il existe une forte striction au droit de la rupture de l'éprouvette  $\alpha$  ainsi qu'au milieu de l'éprouvette  $\beta$  à l'endroit où les déformations mesurées sont grandes;

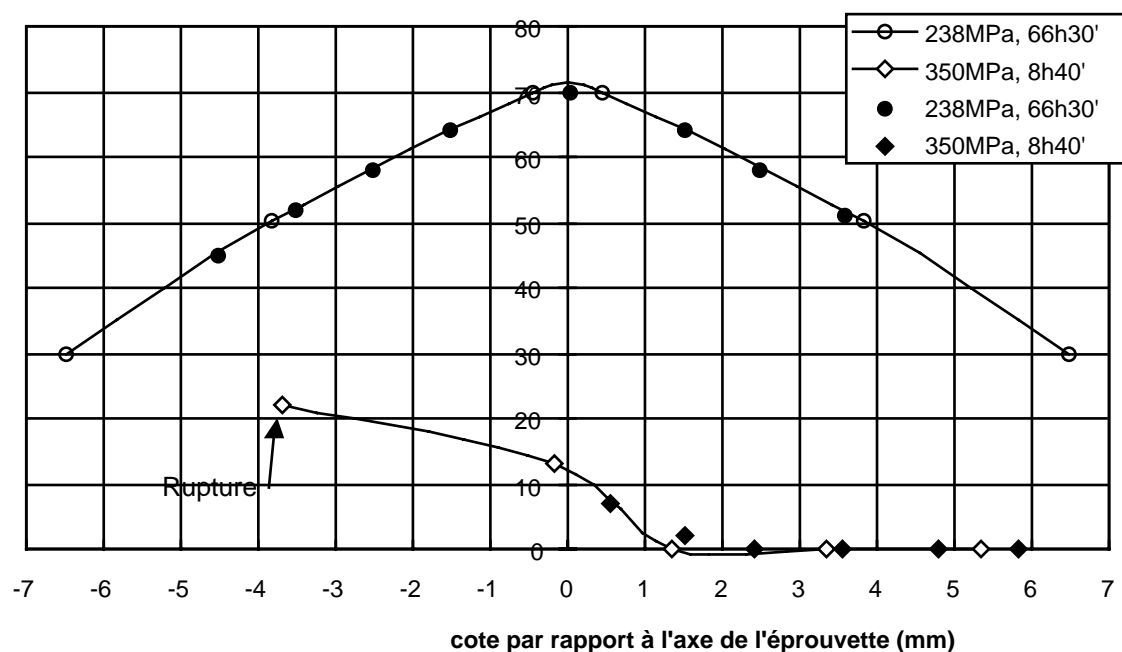
- l'épaisseur d'AM1 coalescé est très faible sur l'éprouvette  $\alpha$ , ce qui est normal puisque le temps de fluage n'est que de 8h40' mais l'éprouvette  $\beta$  présente une zone coalescée dont l'épaisseur est d'autant plus importante que la section de l'éprouvette est faible, c'est à dire que la contrainte y était plus élevée.

Les valeurs des épaisseurs mesurées aux points de mesure des déformations sont données dans le tableau II.3.

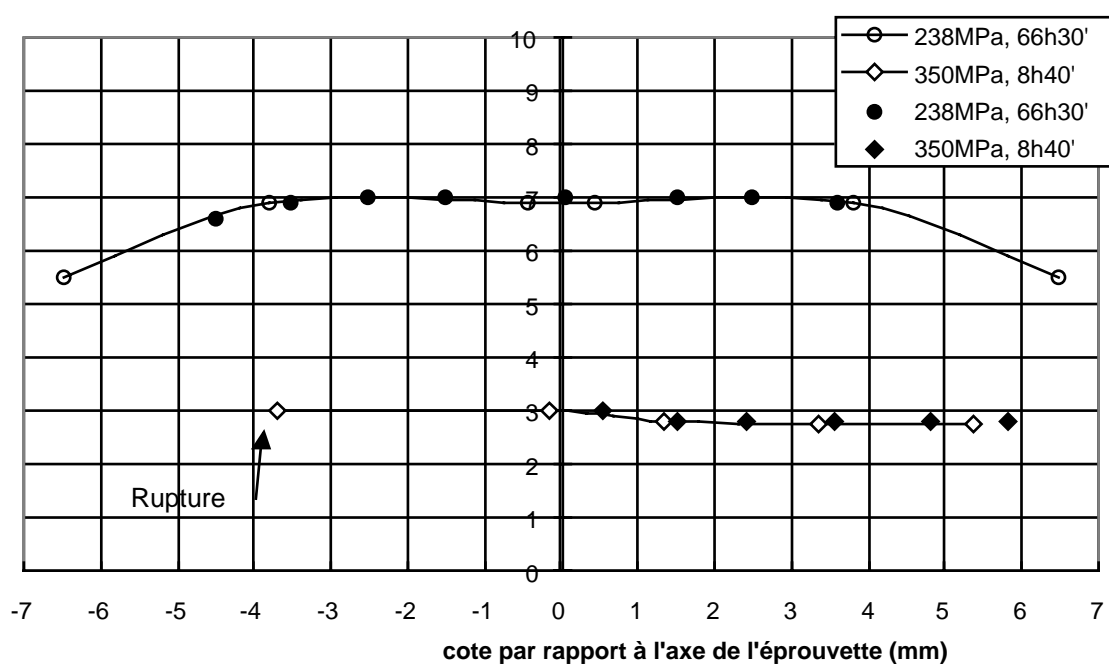


Figure II.24: coupe de l'éprouvette  $\beta$ .

**Figure II.25 (i):** épaisseur d'AM1 cuboïdal et coalescé mesurée sur coupes sagittales en fonction de la cote par rapport au plan de symétrie transverse des éprouvettes. Les symboles évidés sont les mesures effectuées après l'essai le long du profil de l'éprouvette. Les lignes continues résultent du lissage des symboles évidés. Les symboles pleins sont les points où l'on connaît la déformation (figure II.23) et que l'on a ajusté sur les lignes continues pour en déduire l'épaisseur correspondante.



**Figure II.25 (ii):** épaisseur d'AM1 coalescé mesurée sur coupes sagittales en fonction de la cote par rapport au plan de symétrie transverse des éprouvettes. La signification du code des symboles est la même que pour la figure II.25 (i).



**Figure II.26:** épaisseur de la zone présentant de petits précipités, mesurée sur coupes sagittales en fonction de la cote par rapport au plan de symétrie transverse des éprouvettes. La signification du code des symboles est la même que pour la figure II.25 (i).

### II.3.3.3. Synthèse des mesures

pt	cote (mm) / plan de symétrie transverse	largeur/ 2 (μm)	épaisseur (μm) AM1 cuboïdal+coalescé	épaisseur (μm) AM1 coalescé	épaisseur (μm) petits précipités	déformation mesurée (%)
----	---	-----------------	--------------------------------------	-----------------------------	----------------------------------	-------------------------

1	0,554	283,5	236	7	30	2,3466
2	1,509	286,8	247	2	28	1,7456
3	2,416	292,7	26	0	28	0,6917
4	3,566	304,1	274	0	28	0,3106
5	4,81	321,5	282	0	28	0,2817
6	5,815	339,5	282	0	28	0,1695
7	-4,512	316,9	208	45	6,6	0,6958
8	-3,51	303,5	207	52	6,9	1,9038
9	-2,5105	293,5	205	58	7	3,1968
10	-1,51	286,8	200	64	7	6,7
11	0,045	283	185	70	7	10,6109
12	1,5	286,7	203	64	7	9,125
13	2,499	293,4	208	58	7	5,1753
14	3,5995	304,5	209	51	6,9	2,6919

Lignes 1 à 6 relatives à l'éprouvette a ( $\sigma_{\text{nom}}=350\text{MPa}/8\text{h}40$ ); lignes 7 à 14 relatives à l'éprouvette b ( $\sigma_{\text{nom}}=238\text{MPa}/66\text{h}30$ ).

**Tableau II.3:** mesures des dimensions des différentes zones des éprouvettes minces après fluage.

L'épaisseur de la sous-couche interne (interdiffusion entre le revêtement et le substrat) est égale à  $18\mu\text{m}$ . L'épaisseur de la sous-couche externe ( $\beta\text{-NiAl}$ ) est égale à  $37\mu\text{m}$ .

### **II.3.4. Loi de viscoplasticité du revêtement C1A**

#### **II.3.4.1. Influence de la protection sur le comportement du système**

Afin de mettre en évidence un effet du revêtement sur le comportement du composite multicouches, nous avons dans un premier temps appliqué une loi de comportement identifiée sur de l'AM1 d'épaisseur 1mm en fluage à  $950^\circ\text{C}$ .

Le formalisme proposé par Kachanov en 1958 permet de décrire la phénoménologie d'un endommagement de fluage. L'évolution du dommage de fluage en traction est donnée par l'expression II.18.

$$dD = (1 - D)^k \left( \frac{\sigma}{A} \right)^r \quad \text{II.18}$$

où D est la variable scalaire de dommage,  $D \in [0,1]$ ;

$\sigma$  est la contrainte de traction macroscopique;

A, k, r sont des paramètres.

Le temps à rupture  $t_c$  est atteint lorsque  $D=1$ . Ainsi l'intégration de l'équation différentielle II.18 pour un essai de fluage en traction ( $\sigma=\text{cte}$ ) donne:

$$t_r = \frac{1}{r+1} \left( \frac{\sigma}{A} \right)^{-r} \quad \text{II.19}$$

Pour l'AM1 [001] en fluage à 950°C, l'expression II.19 a été identifiée par des travaux internes (Koster, 1997):

$$t_r = 2 \cdot 10^{16} \sigma^{-5,6975} \quad (\text{en heures}) \quad \text{II.20}$$

La vitesse de déformation plastique est donnée par:

$$\dot{\epsilon}_p = \left\langle \frac{\sigma}{K} \right\rangle^n \left( 1 - \frac{t}{t_r} \right)^{-\frac{n}{k+1}} \quad \text{II.21}$$

où  $\langle x \rangle = x$  si  $x > 0$ ,  $\langle x \rangle = 0$  sinon;

$$K = 2572 \text{ MPa} \cdot \text{s}^{1/n};$$

$$n = 5,802;$$

$$k = 5,284.$$

Pour appliquer cette loi à l'expérience de fluage des éprouvettes minces et pouvoir comparer la déformation calculée à la déformation expérimentale, il est nécessaire de calculer la contrainte aux 14 points de mesures des déformations (6 points sur l'éprouvette  $\alpha$  et 8 points sur l'éprouvette  $\beta$ ). La section qui est utilisée pour le calcul de la contrainte est supposée constante tout au long de l'essai (ce qui est faux en toute rigueur puisque l'on observe une striction). La striction est néanmoins prise en compte en supposant qu'elle existe dès le début de l'essai.

L'effet du revêtement est examiné en considérant plusieurs options de calcul. L'éprouvette est supposée constituée entièrement d'AM1, sans aucun revêtement, mais on fait varier la section en considérant:

option 1: l'épaisseur d'AM1 cuboïdal seul;

option 2: l'AM1 cuboïdal et l'AM1 coalescé;

option 3: l'AM1 cuboïdal, l'AM1 coalescé et les petits précipités;

option 4: l'AM1 cuboïdal, l'AM1 coalescé, les petits précipités et la sous-couche interne;

option 5: tout l'AM1 et toute la protection.

Même dans les options où la section inclut une partie du revêtement (option 4) ou le revêtement dans sa totalité (option 5), le système est supposé homogène avec les caractéristiques de l'AM1.

Le graphique de la figure II.27 montre la comparaison entre les déformations expérimentales et calculées pour les 14 points de mesure et les 5 options de calcul. L'intégration de la loi II.13 est effectuée numériquement avec un pas de calcul de 60s. Les deux lignes continues inclinées à 45° indiquent un intervalle d'erreur d'un facteur 2. Il apparaît donc qu'aucune option ne soit pleinement satisfaisante. Lorsque la section considérée est faible, un bon accord est obtenu pour les faibles déformations expérimentales mais les

fortes déformations expérimentales conduisent à des déformations calculées infinies. Lorsque la section considérée est grande (option 5), toutes les valeurs calculées sont trop faibles.

Intéressons nous cependant à l'option 3. Les valeurs calculées diffèrent des valeurs expérimentales d'un facteur 1,5 à 2 dans le sens conservatif jusqu'à 6,5%. Au-delà, les valeurs calculées sont infinies ce qui témoigne de la difficulté à décrire le fluage tertiaire. La section de matériau utilisée pour le calcul de l'option 3 comprend l'épaisseur d'AM1 cuboïdal, coalescé et les petits précipités. L'addition de ces trois zones est certainement le regroupement dont les propriétés se rapprochent le plus de celles de l'AM1 sain, la sous-couche interne et la sous-couche externe étant bien plus éloignées. Ainsi, en ne considérant que de l'AM1, il est possible de donner une description conservatrice des déformations de l'éprouvette. Le facteur multiplicatif entre les valeurs calculées et les valeurs expérimentales serait probablement moindre si l'épaisseur d'AM1 par rapport à l'épaisseur de protection était supérieure. Dans le cas de pièces moteurs, pour lesquelles l'épaisseur d'AM1 est rarement inférieure au millimètre, il est possible d'utiliser cette approximation pour réaliser un calcul simplifié des déformations.

Dans le cas de cet essai, la contribution de la protection n'est pas négligeable, la quantité d'AM1 n'étant pas fortement supérieure à la quantité de protection. La redistribution des contraintes entre les couches modifie la réponse du composite à une sollicitation. Cet aspect sera pris en compte dans le paragraphe suivant.

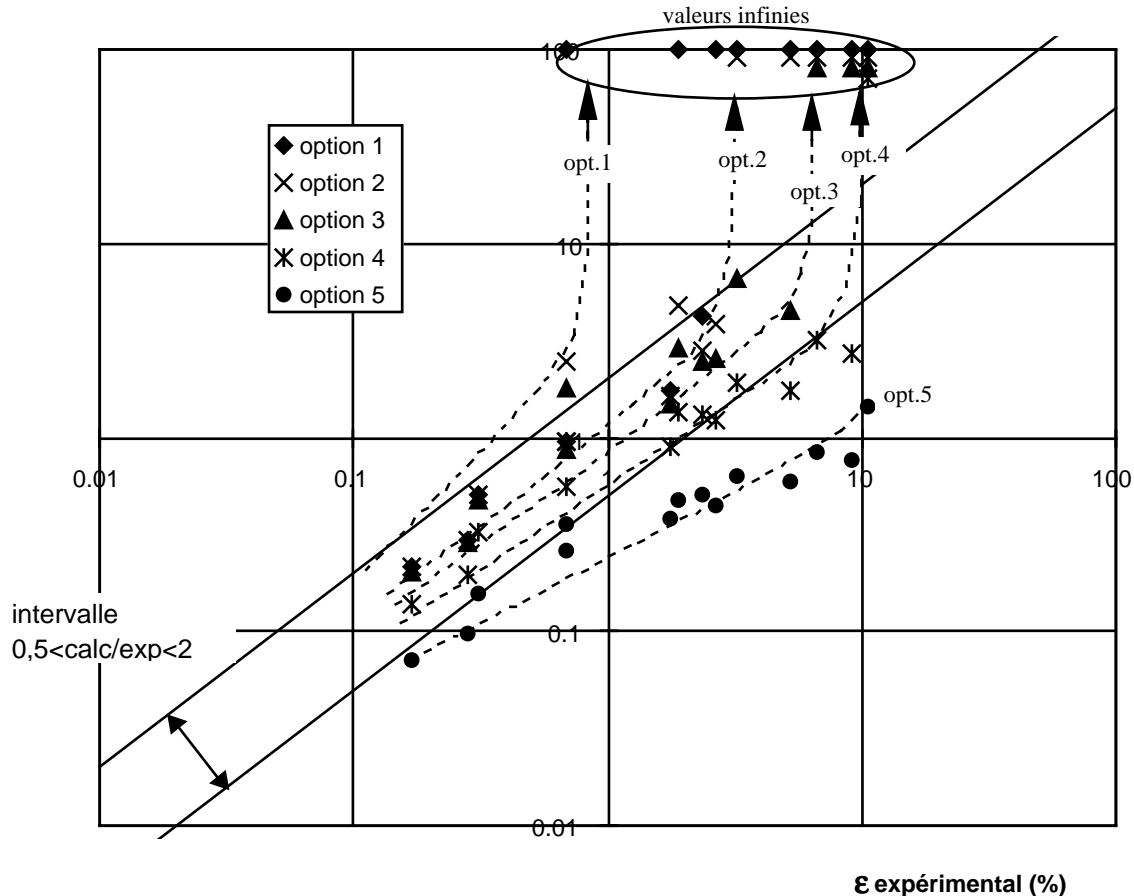


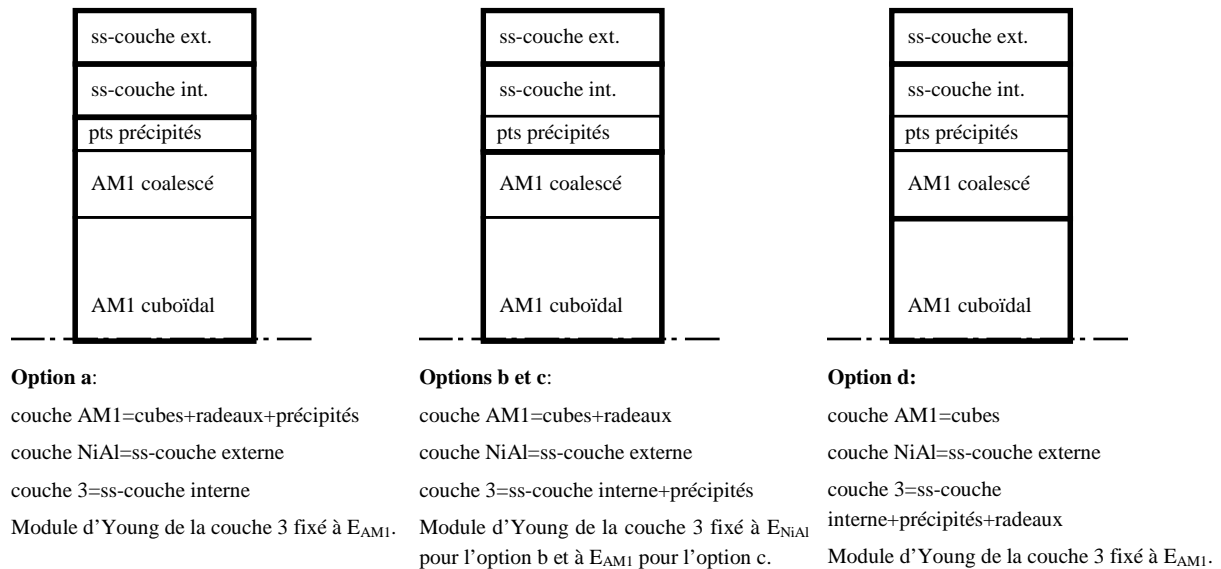
Figure II.27: comparaison des déformations expérimentales et calculées par l'intégration de la loi de fluage pour l'AM1 seul.

### II.3.4.2. Modélisation du comportement composite

#### II.3.4.2.1. Formalisme du modèle

Le comportement de fluage en tension d'un aluminure de nickel en couche mince sur un superalliage n'ayant encore jamais été exploré, nous avons établi un modèle à 3 barres de propriétés distinctes. A nouveau, plusieurs options de calcul sont considérées afin de déterminer quelle est la configuration idéalisée dont le comportement se rapproche le plus du comportement réel.

Dans les quatre options de calcul qui sont décrites par la figure II.28 et que nous nommerons *a, b, c* et *d* pour éviter les confusions avec les options définies au paragraphe précédent, la barre contenant la couche de NiAl est invariante. Nous comparerons ainsi les paramètres d'une loi identifiée pour cette couche avec la loi connue de la bibliographie (paragraphe I.2.3.1.3). L'option *a* regroupe l'AM1 cuboïdal, l'AM1 coalescé et les petits précipités dans la barre 'AM1' et identifie la sous-couche interne à la barre 3 dont le module est supposé égal au module de l'AM1 (cela n'a aucun intérêt de considérer le cas où le module de la barre 3 est égal au module de NiAl car cela reviendrait à grouper les barres NiAl et 3). Dans les options *b* à *d*, la barre 3 est composite. Ainsi nous considérons le cas où le module de la barre 3 est égal au module de NiAl (option *b*) et le cas où le module est celui de l'AM1 (option *c* et *d*). Il aurait été physiquement incorrecte de supposer que la module de la barre 3 comprenant l'AM1 coalescé puisse être égal au module de NiAl si bien que nous n'avons pas étudié cette option.



**Figure II.28:** options de calcul choisies pour la modélisation du comportement composite.

On suppose que la loi de fluage de la barre AM1 est entièrement déterminée par l'expression II.13 et que le fluage des couches NiAl et 3 peut être décrit par des lois de Norton de paramètres  $K_{NiAl}$ ,  $n_{NiAl}$ ,  $K_3$  et  $n_3$ .

En supposant que les contraintes et les déformations soient uniformes dans chacune des barres, les équations de bases du modèle à trois barres sont les suivantes.

Lois de comportement viscoplastique: Norton ou Kachanov.

$$\text{barre AM1: } \dot{\epsilon}_{\text{tot,AM1}} = \frac{\dot{\epsilon}_{\text{AM1}}}{E_{\text{AM1}}} + \left\langle \frac{\sigma_{\text{AM1}}}{K_{\text{AM1}}} \right\rangle^{n_{\text{AM1}}} \left( 1 - \frac{t}{t_r} \right)^{-\frac{n_{\text{AM1}}}{k+1}} \quad \text{II.22}$$

$$\text{barres NiAl ou 3: } \dot{\epsilon}_{\text{tot,i}} = \frac{\dot{\epsilon}_i}{E_i} + \left\langle \frac{\sigma_i}{K_i} \right\rangle^{n_i} \quad \text{II.23}$$

Loi des mélanges pour un composite parallèle:

$$F = \sigma_{\text{AM1}} S_{\text{AM1}} + \sigma_{\text{NiAl}} S_{\text{NiAl}} + \sigma_3 S_3 \quad \text{II.24}$$

où  $F$  est la force appliquée à l'éprouvette;

$S$  est la section de l'éprouvette.

Conditions limites: Continuité des déformations aux interfaces.

$$\epsilon = \epsilon_{\text{tot,AM1}} = \epsilon_{\text{tot,NiAl}} = \epsilon_{\text{tot,3}} \quad \text{II.25}$$

Condition initiale: hypothèse de mise en charge élastique

$$\text{II.24 et II.25} \Rightarrow \sigma_i(t=0) = E_i \frac{F}{\sum_i E_i S_i} \quad \text{II.26}$$

La résolution analytique de ces équations conduit aux équations différentielles suivantes qui sont intégrées numériquement par un programme écrit en langage Pascal.

$$\begin{aligned} \dot{\epsilon}_{\text{AM1}} \left( \frac{1}{E_{\text{AM1}}} + \frac{S_{\text{AM1}}}{E_3 S_3} + \frac{E_{\text{NiAl}} S_{\text{NiAl}}}{E_{\text{AM1}} E_3 S_3} \right) = & \left( \frac{F - \sigma_{\text{AM1}} S_{\text{AM1}} - \sigma_{\text{NiAl}} S_{\text{NiAl}}}{K_3 S_3} \right)^{n_{\text{NiAl}}} - \left\langle \frac{\sigma_{\text{AM1}}}{K_{\text{AM1}}} \right\rangle^{n_{\text{AM1}}} \left( 1 - \frac{t}{t_r} \right)^{-\frac{n_{\text{AM1}}}{k+1}} \left( 1 + \frac{E_{\text{NiAl}} S_{\text{NiAl}}}{E_3 S_3} \right) \\ & + \left( \frac{\sigma_{\text{NiAl}}}{K_{\text{NiAl}}} \right)^{n_{\text{NiAl}}} \frac{E_{\text{NiAl}} S_{\text{NiAl}}}{E_3 S_3} \end{aligned} \quad \text{II.27}$$

$$\frac{\dot{\epsilon}_{\text{NiAl}}}{E_{\text{NiAl}}} = \frac{\dot{\epsilon}_{\text{AM1}}}{E_{\text{AM1}}} + \left\langle \frac{\sigma_{\text{AM1}}}{K_{\text{AM1}}} \right\rangle^{n_{\text{AM1}}} \left( 1 - \frac{t}{t_r} \right)^{-\frac{n_{\text{AM1}}}{k+1}} - \left\langle \frac{\sigma_{\text{NiAl}}}{K_{\text{NiAl}}} \right\rangle^{n_{\text{NiAl}}} \quad \text{II.28}$$

$$\sigma_3(t) = \frac{F - \sigma_{\text{AM1}}(t) S_{\text{AM1}} - \sigma_{\text{NiAl}}(t) S_{\text{NiAl}}}{S_3} \quad \text{II.29}$$

#### II.3.4.2.2. Identification des paramètres

Dans chaque option de calcul, nous effectuons un balayage des paramètres  $K_{\text{NiAl}}$ ,  $n_{\text{NiAl}}$ ,  $K_3$  et  $n_3$  selon toutes les combinaisons possibles. Le calcul montre qu'il n'existe des solutions que lorsque  $(K_{\text{NiAl}}, K_3) \in \{(x,y) \in (\mathbf{R}^+)^2 / 1000 < x < 1000 \text{ et } 1000 < y < 10000\}$  et  $(n_{\text{NiAl}}, n_3) \in \{(x,y) \in (\mathbf{R}^+)^2 / 1 < x < 10 \text{ et } 1 < y < 10\}$ . Dans un premier temps, le pas de balayage est grossier et l'on choisit les paramètres dans l'ensemble des entiers naturels positifs.



Il s'agit de déterminer l'ensemble de quatre paramètres qui minimise l'erreur par rapport à l'expérience. Pour cela, soit la fonction

$$\Lambda: (1000, 9999)^2 \times (1,9)^2 \rightarrow \mathbf{N}^+ \\ (K_{\text{NiAl}}, K_3, n_{\text{NiAl}}, n_3) \rightarrow \lambda = K_3 + 0,1K_{\text{NiAl}} + 10n_3 + n_{\text{NiAl}}$$

Il est intéressant de remarquer que  $\Lambda$  est bijective. Ainsi, pour une option de calcul donnée, la somme pour les 14 points de mesures, des valeurs absolues des écarts par rapport aux valeurs expérimentales est représentée en fonction de la variable  $\lambda$  et l'on peut déterminer l'ensemble des quatre paramètres qui minimisent la somme des erreurs.

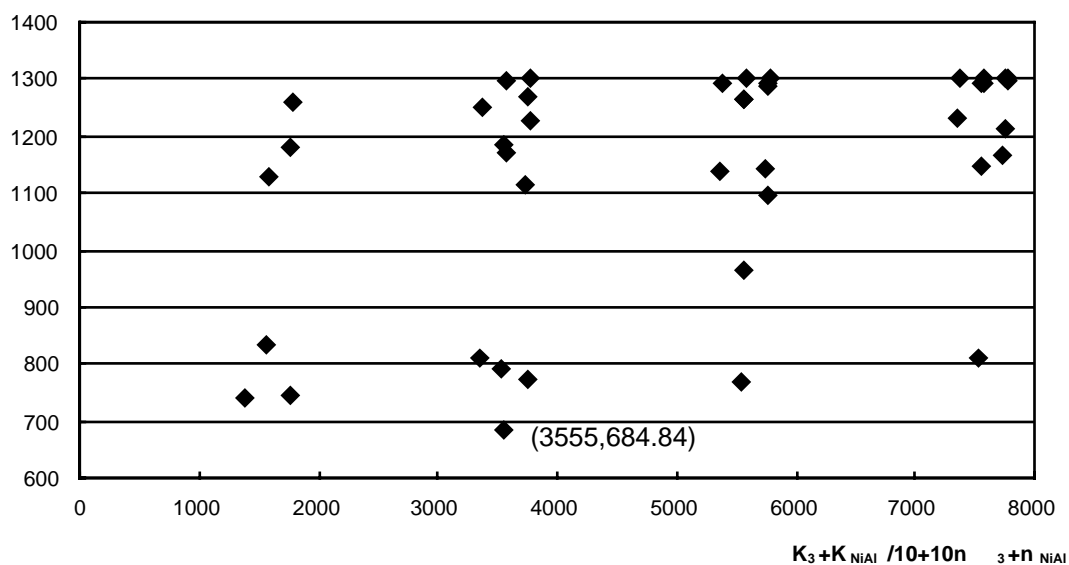
Cette représentation est montrée par la figure II.29 pour l'option de calcul  $d$  qui, on le verra, respecte le meilleur accord entre le calcul et l'expérience.

Le paramètre  $\lambda$  qui minimise la somme des erreurs des quatorze points de mesure est  $\lambda=3555$ . Une recherche plus fine a été effectuée autour de cette valeur en fixant  $K_{\text{NiAl}}$  et  $K_3$  dont les variations n'impliquent pas de très grands écarts de résultats. En revanche, les valeurs de  $n_{\text{NiAl}}$  et  $n_3$  ont beaucoup d'importance. On les choisit à présent dans l'ensemble  $\Omega$  défini par:  $x \in \Omega \Leftrightarrow \exists n \in \mathbf{N}^+ / n=100x$ .

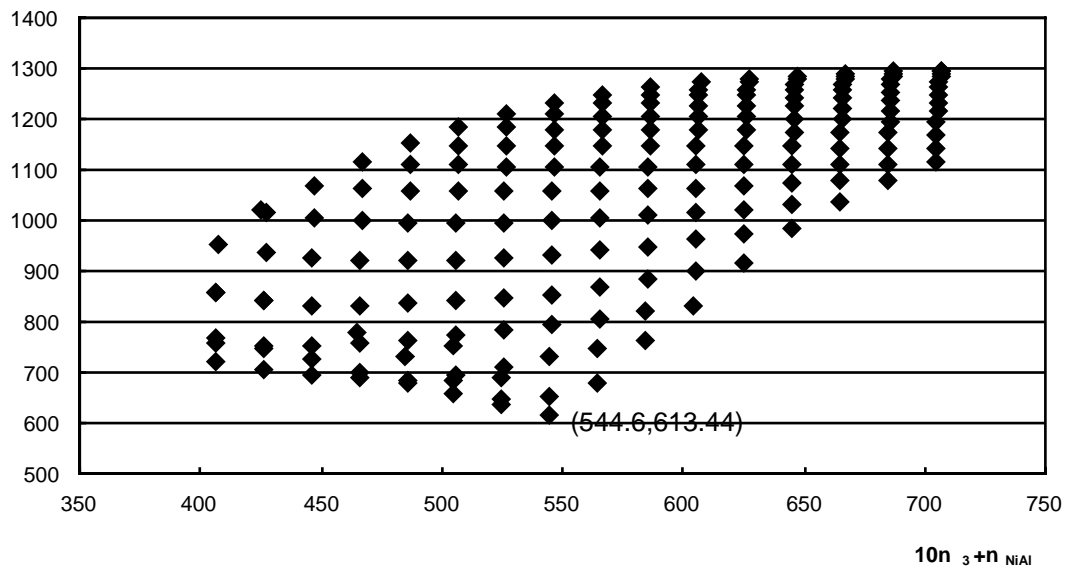
La fonction bijective que l'on définit à présent est:

$$\tilde{\Lambda}: \Omega^2 \rightarrow \mathbf{Z}^+ \\ (n_{\text{NiAl}}, n_3) \rightarrow \tilde{\lambda} = 10n_3 + n_{\text{NiAl}}$$

La représentation graphique de la somme des erreurs des quatorze points de mesure en fonction de  $\tilde{\lambda}$  est donnée en figure II.30.



**Figure II.29:** résultats de l'option de calcul  $d$  de la recherche grossière du paramètre  $\lambda$  qui minimise la somme des erreurs pour les quatorze points de mesure.



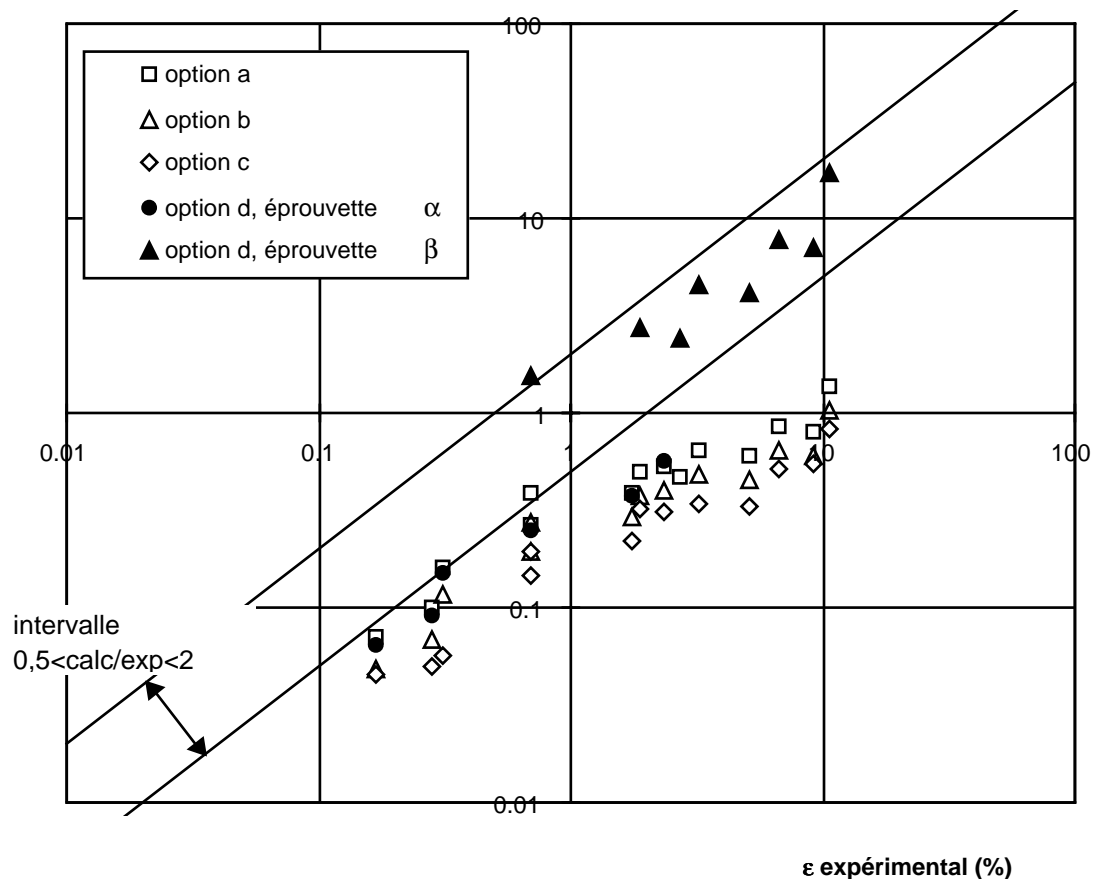
**Figure II.30:** résultats de l'option de calcul  $d$  de la recherche fine du paramètre  $\tilde{\lambda}$  qui minimise la somme des erreurs pour les quatorze points de mesure.

Dans l'option  $d$ , les paramètres suivants seront donc retenus:

$$K_{NiAl} = 5000 \text{ MPa.s}^{1/n_{NiAl}} \quad n_{NiAl} = 4,6$$

$$K_3 = 3000 \text{ MPa.s}^{1/n_3} \quad n_3 = 5,4$$

La détermination des meilleurs paramètres a été réalisée pour les quatre options de calcul et la comparaison entre les déformations expérimentales et calculées est donnée par la figure II.31.



**Figure II.31:** comparaison des déformations expérimentales et calculées pour le composite à trois couches.

L'option *d* prodigue le meilleur accord entre l'expérience et le calcul, bien que les résultats soient décevants pour les faibles déformations. En revanche un très bon accord est obtenu pour les déformations supérieures à 1%. Pour expliquer cela, il faut tenir compte d'une part que l'erreur expérimentale sur la mesure de faibles déformations est plus importante que dans les grandes déformations. D'autre part, les calculs n'ont pas tenu compte des contraintes thermiques préexistantes à 950°C. En effet, la protection étant élaborée à 1100°C, le système se trouve dans un état de contrainte dès le début de l'essai à 950°C. Le calcul de ces contraintes sera effectué au chapitre V. La déformation différentielle entre l'AM1 et la protection d'aluminiure est due à la dilatation différentielle entre les couches. Nous pouvons d'ores et déjà indiquer que la déformation différentielle qui résulte du passage de 1100°C (système sans contraintes) à 950°C (température de l'essai) est de 0,04%. Pour estimer les contraintes différentielles, supposées homogènes dans chaque couche, il est nécessaire de connaître le trajet thermique suivi par l'éprouvette au cours de son histoire pour tenir compte de la viscoplasticité des matériaux. Le calcul du chapitre V sera effectué dans le cas d'un retour à température ambiante à four coupé, pendant lequel la température de l'éprouvette a été enregistrée. Dans le cas de cet essai, la température de 950°C est atteinte après un chauffage dont le trajet thermique est inconnu.

Les contraintes différentielles d'origine thermique sont faibles car les coefficients de dilatation thermique de l'AM1 et des aluminiures sont proches. Elles sont négligeables lorsque la déformation mécanique que l'on ajoute est grande (éprouvette  $\beta$ ) mais leur effet

devrait peut-être être pris en compte pour une déformation mécanique faible (éprouvette  $\beta$ ). Cette correction pourrait améliorer la qualité des résultats calculés sur l'éprouvette  $\beta$ , qui s'écartent le plus des valeurs expérimentales.

L'identification d'une loi de Norton sur NiAl polycristallin a conduit Whittenberger (1988, paragraphe I.2.3.1.3) à des valeurs  $K=220,17\text{MPa.s}^{1/n}$  et  $n=6,58$ . Nous retiendrons des paramètres  $K=3000\text{MPa.s}^{1/n}$  et  $n=4,6$  pour la couche superficielle, composée de NiAl, du composite à trois barres.

Les écarts entre ces deux lois peuvent avoir plusieurs origines.

- Les conditions d'identification ne sont pas similaires. Il faut se souvenir que Whittenberger avait identifié sa loi par du fluage en compression entre 60 et 120 MPa. Nous nous trouvons dans des gammes de contraintes beaucoup plus élevées.

- Le substrat modifie le comportement de NiAl par une interdiffusion entre l'aluminium de nickel polycristallin et l'AM1 qui fait apparaître plusieurs couches supplémentaires fortement hétérogènes. Les propriétés des couches hétérogènes sont inconnues, c'est pourquoi nous avons simplifié l'analyse par des regroupements. La redistribution de contraintes entre les couches, qui a une influence d'autant plus grande que la proportion entre chaque couche est comparable (cas de cet essai), est très difficilement quantifiable. Nous n'en avons donné qu'une description discontinue en supposant une parfaite uniformité des contraintes dans chaque couche.

- Le substrat masque le comportement de NiAl puisque celui-ci permet un accrochage des grains si bien que nous pouvons être amenés à croire que la couche de NiAl est toujours cohérente alors qu'elle ne se désintègre pas seulement en raison de la présence du substrat (figure II.20).

- Enfin, il est possible que le comportement de NiAl polycristallin de très faible épaisseur (2 couches de grains) soit d'ores et déjà différent du comportement de NiAl massif pour des raisons d'effet de volume et de conditions limites.

Les graphiques suivants (figures II.32 à II.35) montrent les contraintes et les déformations calculées dans les trois couches du composite en fonction du temps, dans le cas de l'option  $d$ , avec les paramètres optimisés.

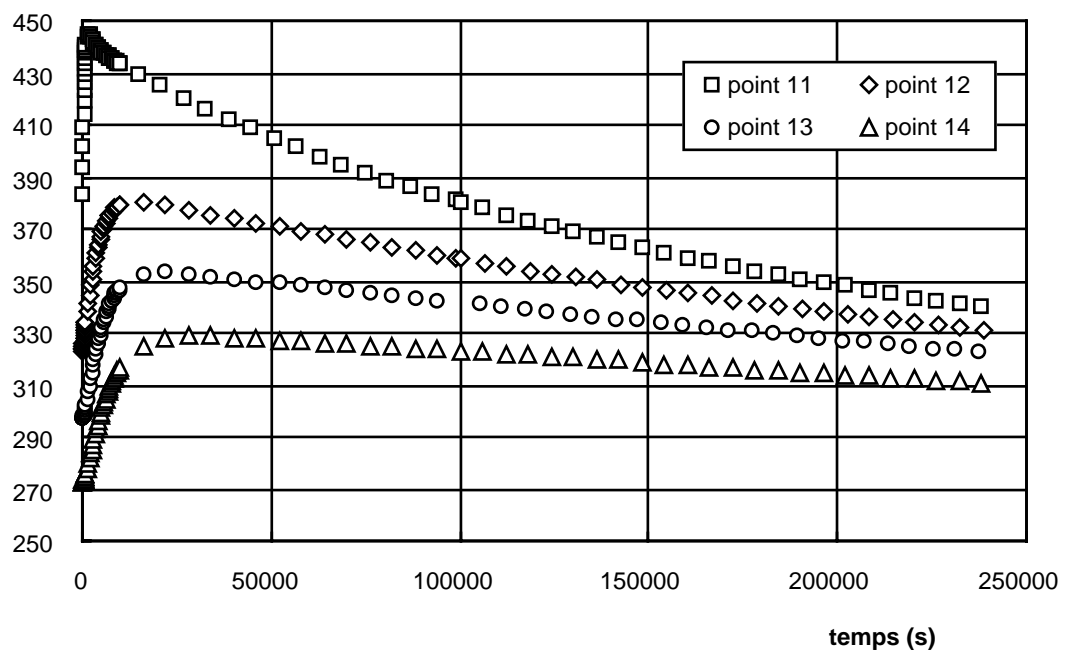
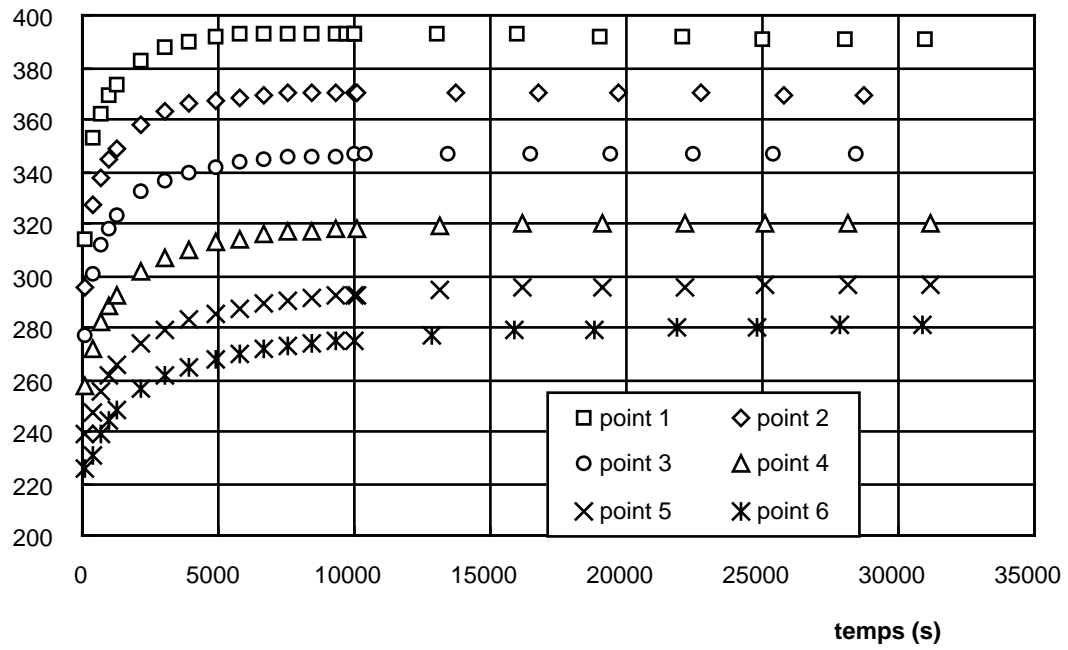


Figure II.32: évolution des contraintes en fonction du temps dans la barre AM1.

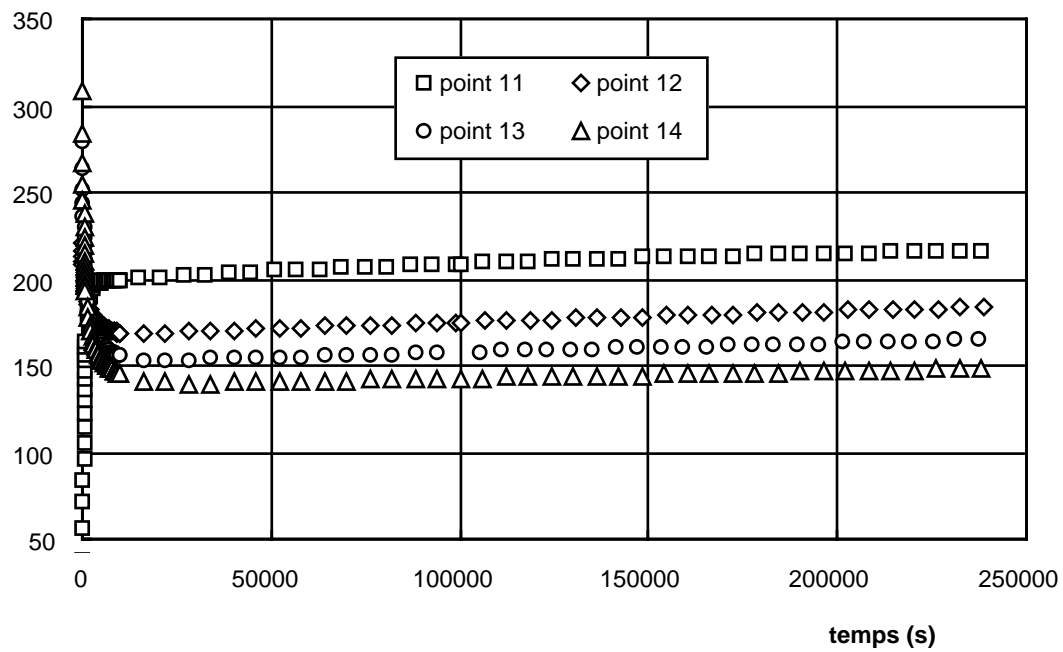
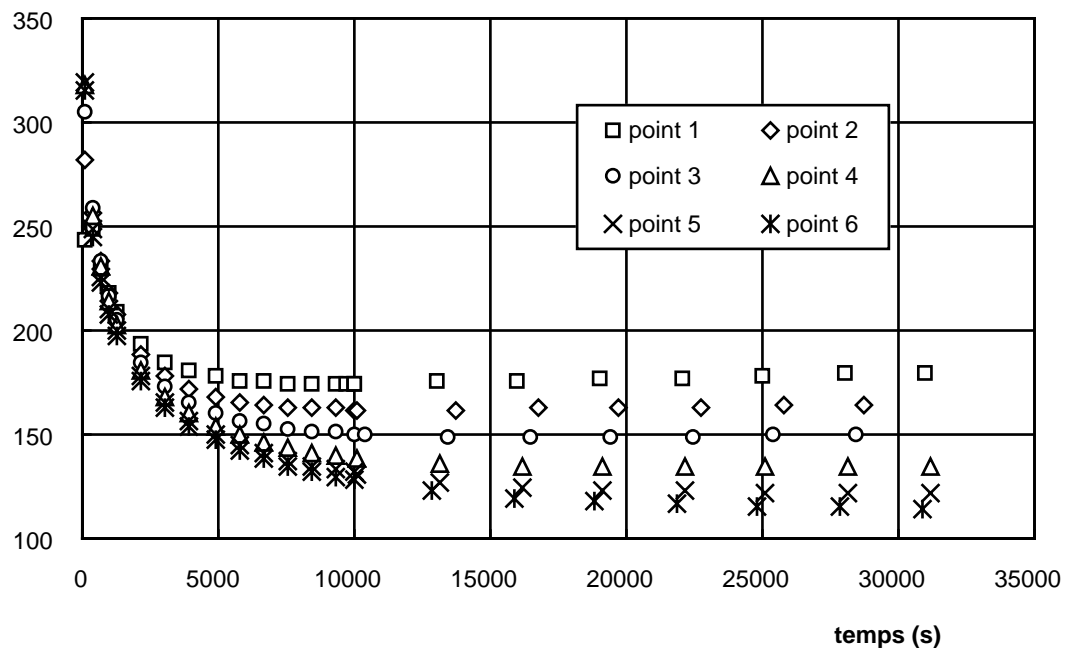


Figure II.33: évolution des contraintes en fonction du temps dans la barre NiAl.

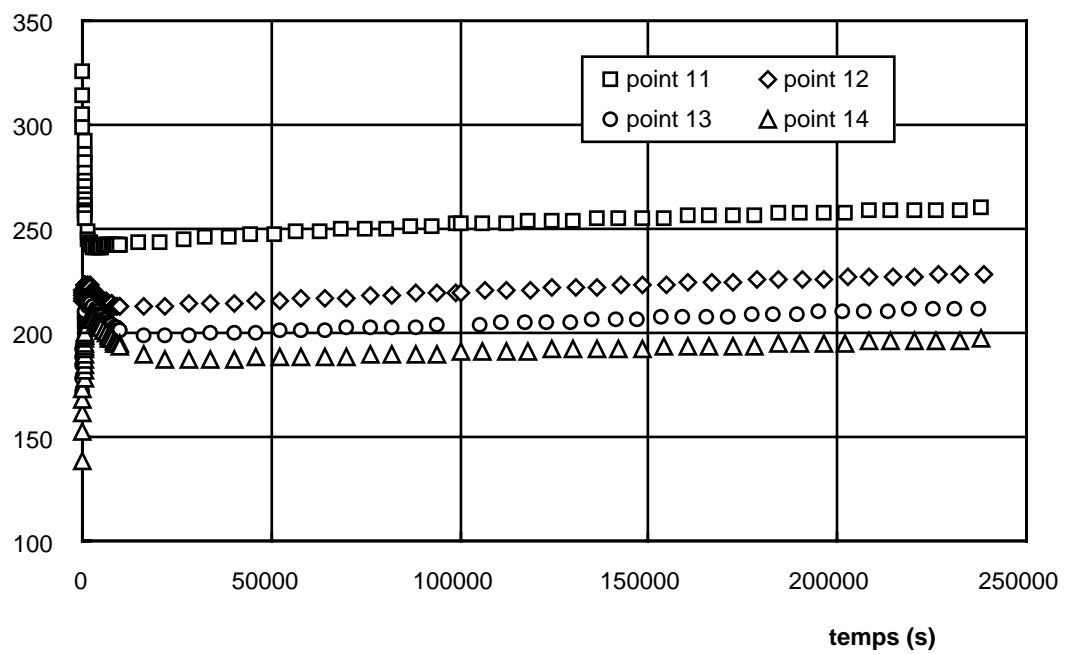
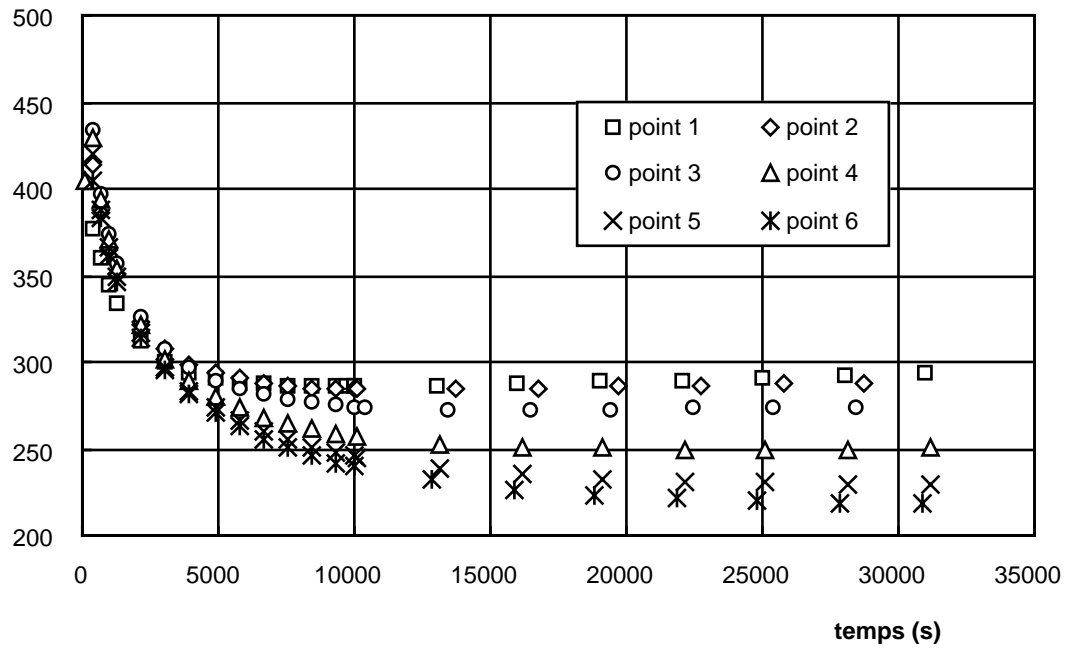


Figure II.34: évolution des contraintes en fonction du temps dans la barre 3.

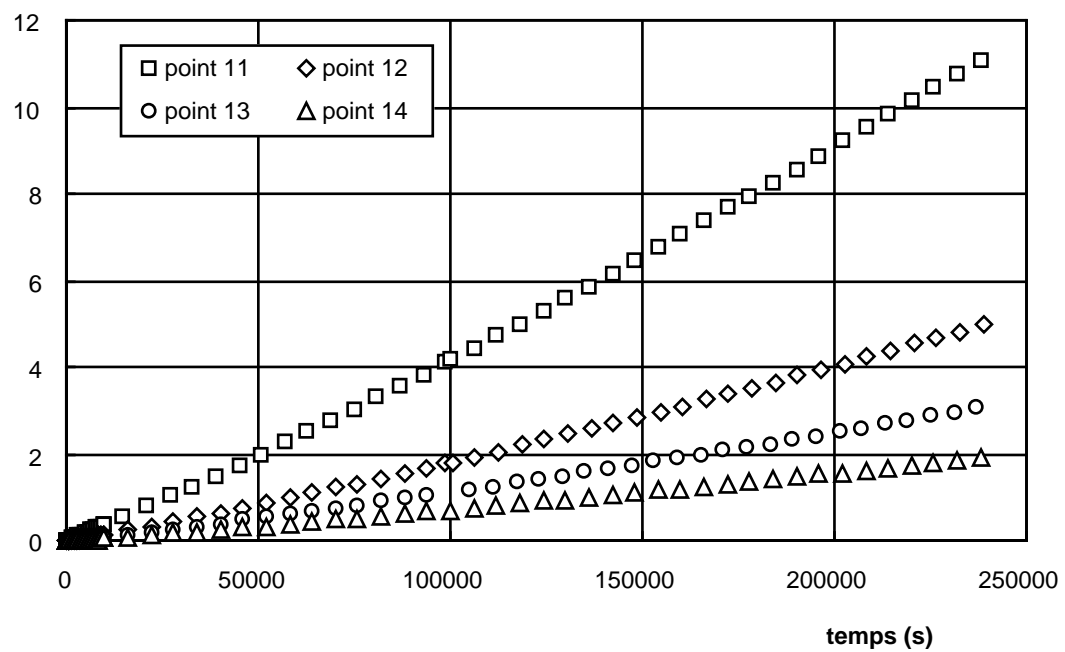
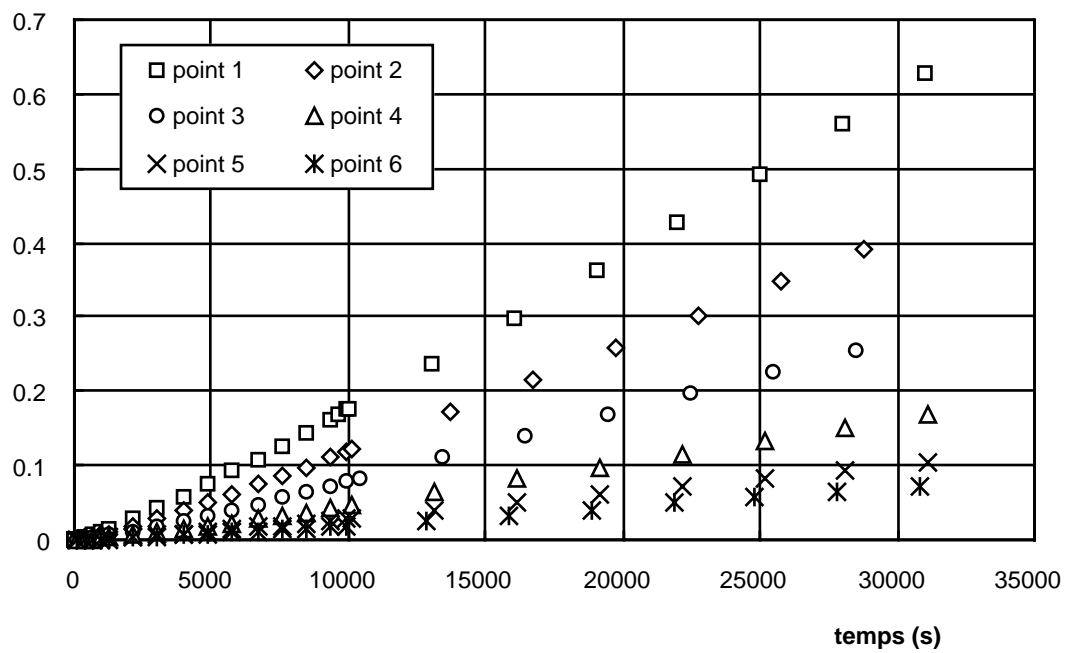


Figure II.35: évolution des déformations du composite en fonction du temps.



## **II.4. Etat des connaissances concernant les propriétés d'un aluminure de nickel: cas de C1A**

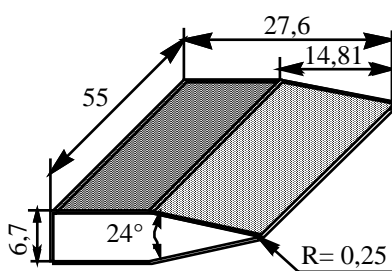
### **II.4.1 Introduction**

Ce paragraphe reprend essentiellement des résultats d'essais établis par Chataigner (documents internes ENSMP) sur l'AM1 revêtu par la protection C1A. Il est indispensable pour justifier la méthodologie employée dans la suite de notre étude de la sous-couche. Il sert également de support à un travail complémentaire de modélisation effectué, dans cette étude, sur la protection C1A.

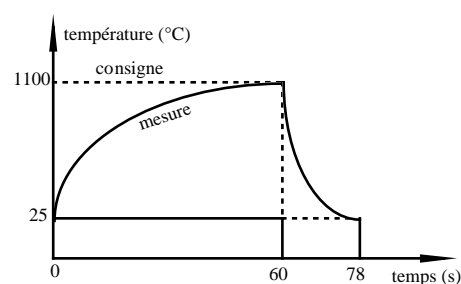
### **II.4.2 Fatigue thermique de la protection C1A**

Des essais de fatigue thermique ont été conduits sur des éprouvettes prismatiques représentées en figure II.36(i). Le bord mince de l'éprouvette, encore appelé bord d'attaque, possède un rayon de courbure de 0,25mm. Une consigne en température de type créneau entre 25°C et 1100°C (figure II.36(ii)) est imposée au bord d'attaque grâce à un banc d'essai spécialement conçu pour focaliser la puissance de 6 tubes halogènes de 6,5kW sur l'image linéique où l'on a placé le bord d'attaque. La température est mesurée par un thermocouple K (chromel-alumel) soudé sur le bord d'attaque et régulé par un correcteur de type PID dont les paramètres sont optimisés pour un suivi de consigne à 1100°C. Les créneaux à 1100°C et à 25°C sont respectivement maintenus pendant 60s et 18s.

Le dispositif d'essai est décrit de manière plus détaillée par Koster, Chataigner et Rémy (1995).



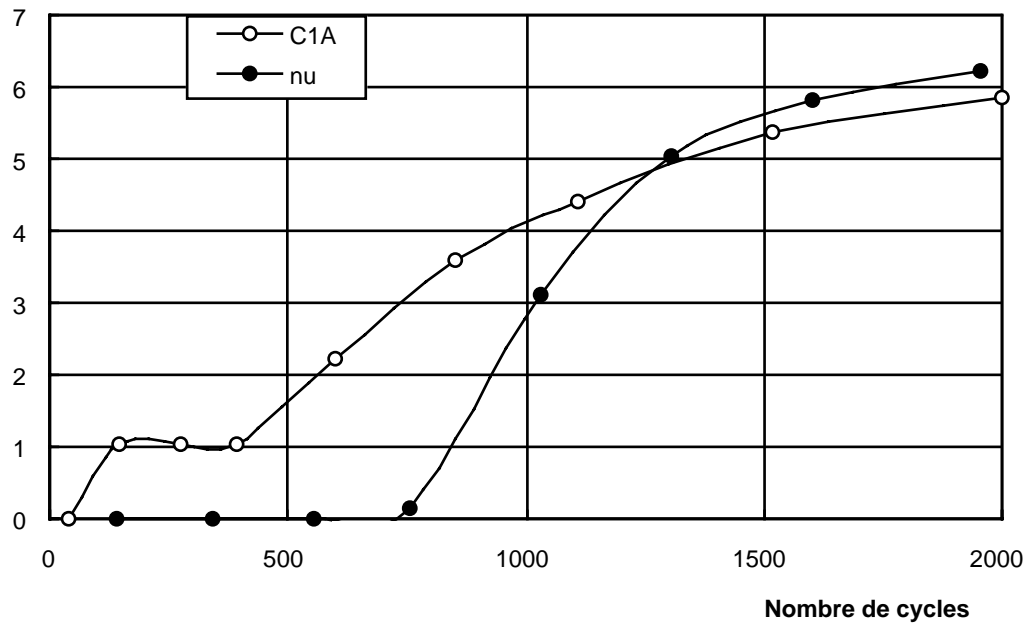
**Figure II.36(i):** éprouvette prismatique de fatigue thermique



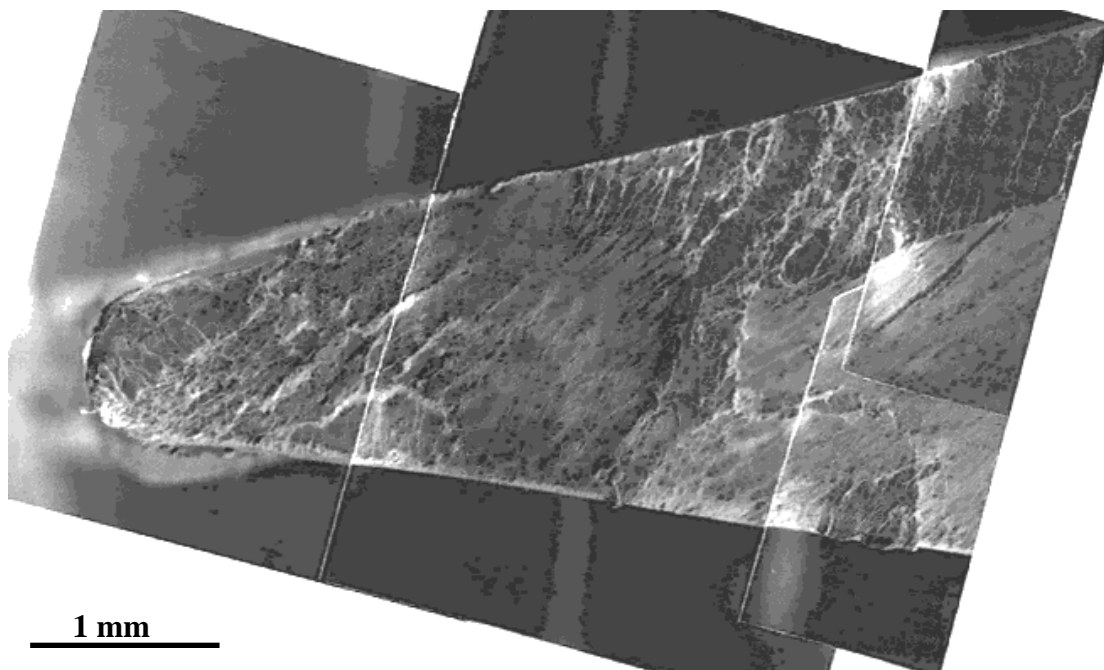
**Figure II.36(ii):** consigne appliquée au bord d'attaque lors de l'essai de fatigue thermique (traits pointillés) et mesure du thermocouple de pilotage (trait continu).

Une fissuration perpendiculaire au bord mince apparaît en quelques cycles sur le matériau revêtu alors qu'il est nécessaire d'effectuer plusieurs centaines de cycles avant de fissurer le matériau nu.

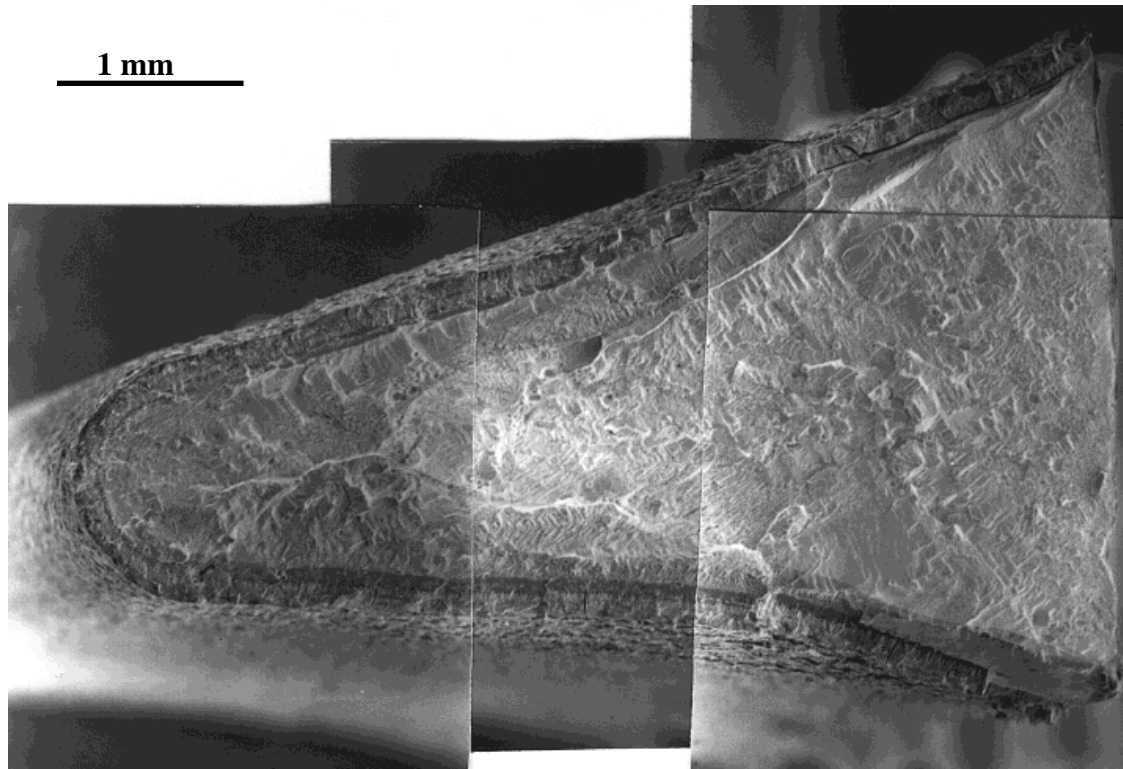
La figure II.37 présente les courbes de fissuration relatives à la fissure principale (première fissure qui s'amorce) sur le matériau nu et revêtu par la protection C1A. Un essai interrompu a montré que la fissure s'amorce à la pointe de l'éprouvette, sur un pore préexistant et progresse par un front de morphologie semi-elliptique dans le cas du matériau nu, alors que l'amorçage s'effectue par la fissuration fragile de la protection, qui conduit à une fissure en forme de fer à cheval dans le cas du matériau revêtu (Respectivement figures II.38 (i) et II.38 (ii)).



**Figure II.37:** courbe de fissuration en fatigue thermique 100°C-1100°C de l'AM1 nu et revêtu par la protection C1A. Longueur de fissure mesurée en projection orthogonale sur le plan médian de l'éprouvette.



**Figure II.38 (i):** faciès de rupture de l'éprouvette en AM1 nu en fatigue thermique 25°C-1100°C après 1954 cycles. (Chataigner, documents internes ENSMP)



**Figure II.38 (ii):** faciès de rupture de l'éprouvette en AM1 revêtu par la protection C1A en fatigue thermique 25°C-1100°C après 245 cycles. (Chataigner, documents internes ENSMP)

Les conditions limites thermiques, en peau d'éprouvette, ont été mesurées au cours de l'essai à l'aide de thermocouples soudés sur la surface. La carte thermique d'une tranche transversale de l'éprouvette a été établie par un calcul en mode inverse, par éléments finis. La chaleur spécifique  $C_p$ , la conductivité thermique  $k$  et le coefficient de dilatation thermique ont été calculés en fonction de la température. De plus, le refroidissement est décrit par un coefficient de convection thermique et le chauffage par un flux radiatif, l'intensité de ces deux modes de transfert de chaleur variant en surface de l'éprouvette. Cette méthode a été mise au point par Koster, Cailletaud, Laurent et Rémy (1995), reprise par Koster, Chataigner et Rémy (1995) et est décrite de manière très détaillée par Koster (1997).

Les lois de comportement utilisées pour l'AM1 sont tirées d'un modèle viscoplastique à variables internes décrivant l'écrouissage cinématique et isotrope, écrit sur les systèmes de glissement du monocristal (Chataigner et Rémy, 1994). La déformation est partitionnée en ses composantes élastiques et viscoplastiques. Sous un chargement uniaxial, la loi de comportement utilisée s'écrit:

$$\dot{\varepsilon}_v = \left\langle \frac{|\sigma - X_v| - R_v}{K} \right\rangle^n \text{sign}(\sigma - X_v) \quad \text{II.30}$$

où  $\langle a \rangle = \text{Max}(a, 0)$  ;

$$X_v = X_{v1} + X_{v2};$$

$$X_{v1} = C_1 \cdot \alpha_{1v}; \quad X_{v2} = C_2 \cdot \alpha_{2v};$$

$$\dot{\alpha}_{1v} = \dot{\varepsilon}_v; \quad \dot{\alpha}_{2v} = \dot{\varepsilon}_v - D_2 \alpha_{2v} \dot{v}; \quad \dot{v} = \left| \dot{\varepsilon}_v \right|;$$

$$R_v = R_0 + Q(1 - e^{-b v});$$

$\varepsilon_v$  est la déformation viscoplastique;

$\dot{\varepsilon}_v$  est la vitesse de déformation viscoplastique;

$v$  est la déformation viscoplastique cumulée;

$X_v$  est la contrainte cinématique, somme d'un terme d'écrouissage cinématique linéaire  $X_{v1}$  et d'un terme d'écrouissage isotrope linéaire  $X_{v2}$ ;

$R_v$  est le rayon du lieu d'élasticité.

$K$ ,  $n$ ,  $C1$ ,  $C2$ ,  $D2$  et  $R0$  sont les paramètres du modèle à identifier.

A partir des résultats établis pour une éprouvette nue, nous avons calculé les contraintes que l'on aurait dans la protection si elle existait, à l'aide du modèle à deux barres viscoplastique (annexe 8).

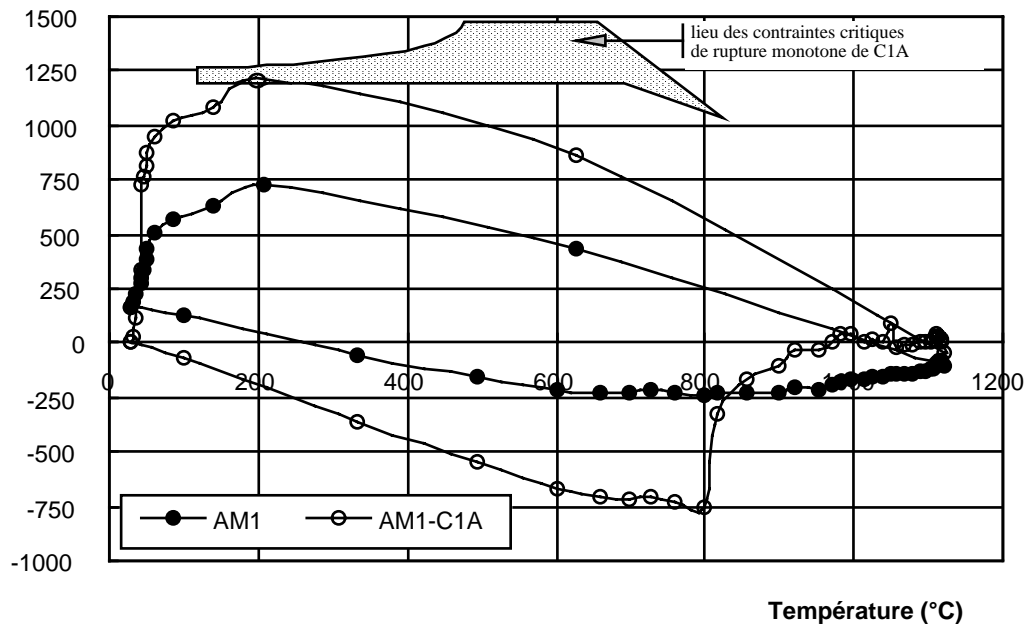
La figure II.39 présente les boucles stabilisées contrainte-déformation du substrat et du revêtement calculées en pointe de l'éprouvette prismatique lors de l'essai de fatigue thermique 25°C-1100°C. La contrainte maximale de tension, en fatigue thermique, est obtenue au refroidissement, à la température de 200°C.

En conditions de sollicitations cycliques anisothermes, un raisonnement en déformation ne permet pas d'obtenir un critère de rupture de la protection. En effet, Chataigner (1995) a montré que certains cycles thermomécaniques conduisent à une contrainte de tension dans la protection qui fissure, alors que toute la déformation appliquée est négative. Ces résultats qui peuvent paraître un peu surprenants dans le cadre d'essais mécaniques classiques, sont toutefois légion en sollicitation cyclique mécano-thermique du fait de la variation simultanée du module d'Young du matériau et de la déformation.

Ainsi, la contrainte critique de rupture monotone de la protection à 200°C, calculée par le modèle à deux barres viscoplastique et d'après les résultats des essais de traction monotone présentés dans le paragraphe II.2 est de l'ordre de 1250 MPa à 200°C. A cette température, la contrainte dans la protection peut dépasser la contrainte critique, provoquant la rupture en un cycle ou s'en approcher. Dans ce deuxième cas, la sollicitation est assimilable à de la fatigue oligocyclique anisotherme sur l'aluminium C1A, de surcroît fragile à basse température.

Cette étude en fatigue thermique sera prolongée dans ce travail par des essais de fatigue oligocyclique à 200°C sur l'AM1 revêtu. Un critère d'amorçage des fissures fragiles dans la protection lors d'un essai de type élément de volume est recherché pour modéliser par la suite la fissuration de structures en fatigue thermique. La protection C1A et la protection CN22 sont testées en fatigue oligocyclique avec des valeurs des contraintes et déformations maximales au cours du cycle proches des valeurs critiques de rupture monotone.

Le critère obtenu par ces essais de fatigue oligocyclique sera validé grâce aux résultats de fatigue thermique présentés dans ce paragraphe pour la protection C1A. Pour la protection CN22, le critère identifié ne sera pas validé.



**Figure II.39:** contrainte dans l'AM1 et dans la protection C1A au bord d'attaque de l'éprouvette, lors d'un essai de fatigue thermique entre 25°C et 1100°C, en fonction de la température.

## II.5. Fatigue oligocyclique à 200°C

### II.5.1. Principe des essais

#### II.5.1.1. Méthode expérimentale

Les essais sont réalisés sur les éprouvettes multisection Ø6 revêtues soit par la protection C1A, soit par la protection CN22.

Le dispositif expérimental est identique à celui qui a été décrit au paragraphe II.2, pour l'examen de la transition ductile-fragile.

L'éprouvette subit une sollicitation cyclique à la fréquence de 0,05Hz. Le cycle mécanique est réglé sur la charge pour la protection C1A et sur la déformation pour la protection CN22. La consigne est composée de deux rampes entre la valeur minimale de la charge  $\sigma_{\min}$  ou de la déformation  $\epsilon_{\min}$  et la valeur maximale  $\sigma_{\max}$  ou  $\epsilon_{\max}$  (cycle triangle).

Le rapport de charge  $R_{\sigma}$  ou de déformation  $R_{\epsilon}$  des essais est fixé à 0,1. L'essai est donc réalisé en traction et déformation positive uniquement.

La contrainte maximale  $\sigma_{\max}$  ou la déformation maximale  $\epsilon_{\max}$ , qui sont relatives à la section centrale de l'éprouvette multisection Ø6, sont choisies de l'ordre de 0,8 à 0,95 fois la

valeur critique  $\sigma_c$  ou  $\varepsilon_c$  de la protection en traction monotone. Une consigne  $\varepsilon_{\max}$  atteignant  $\varepsilon_c$  provoquerait la rupture de la protection au premier cycle.

Le paramètre choisi pour réguler la consigne de l'essai a été changé entre les essais sur C1A, pilotés sur la charge et les essais sur CN22, pilotés sur la déformation. Après avoir effectué la campagne d'essais sur C1A, il a paru plus judicieux de piloter l'essai en déformation afin de ne pas avoir besoin de repasser par le modèle de comportement pour calculer la déformation à partir de la charge. La donnée de la déformation nous est utile puisque les essais de traction monotone ont été conduits en contrôle de déformation et c'est donc sur la déformation que l'on possède un critère purement expérimental. Le critère faisant intervenir la charge résulte de l'utilisation du modèle de comportement.

Une éprouvette suffit à explorer une gamme de consignes en déformation assez large allant de  $\varepsilon_{\max}$  à  $0,95^6 \varepsilon_{\max}$ . Des séquences d'essai sont conduites à un niveau de charge ou de déformation fixé. Entre chaque séquence, l'observation de la surface en microscopie électronique à balayage permet d'identifier les sections fissurées ou non fissurées.

Les données bibliographiques sur la fissuration en fatigue de protection d'aluminiures sont quasiment inexistantes si bien que le nombre de cycles à effectuer lors de chaque séquence doit être choisi arbitrairement. Après un essai sur une première éprouvette, il est souvent nécessaire d'en utiliser une seconde pour affiner les intervalles d'erreur.

Le tableau II.4 présente les conditions expérimentales. La consigne en charge n'a pas été maintenue constante pendant toute les séquences réalisées sur la protection C1A.

Il sera donc nécessaire de réaliser un cumul tenant compte de toute l'historique de l'éprouvette.

#### II.5.1.2. Méthode de dépouillement

Deux interprétations sont possibles pour un tel essai: soit une durée de vie (nombre de cycles) est fixée et on cherche un encadrement de la déformation qui provoque la rupture pour cette durée de vie; soit la déformation est fixée et on cherche un encadrement de la durée de vie de la protection sous ce niveau de chargement.

La seconde méthode a été choisie lorsque le modèle qui sera présenté au paragraphe II.6 a été développé car elle permet une identification plus facile de ses paramètres.

Chaque séquence fournit le nombre de cycles appliqués à l'éprouvette à un niveau de déformation donné. A l'observation, tant qu'une section n'est pas fissurée, sa durée de vie n'est pas atteinte. Lorsqu'une section vient de fissurer pendant la dernière séquence réalisée, la durée de vie de la protection est comprise entre le nombre de cycles précédent et le nombre de cycles actuel.

Toutefois cette interprétation n'est immédiate que dans le cas où toutes les séquences sont réalisées au même niveau de chargement, ce qui permet de tracer un diagramme de type Wöhler.

### **II.5.2. Résultats**

Le tableau II.4 résume les conditions expérimentales et les résultats des observations micrographiques.

Nature de la protection	$\Delta\sigma$ ou $\Delta\epsilon$ sur la section centrale	nombre de cycles réalisés dans la séquence	$\sigma_{\max}$ ou $\epsilon_{\max}$ de la plus petite section non fissurée	$\sigma_{\max}$ ou $\epsilon_{\max}$ de la plus grande section fissurée
C1A	890,9 MPa	20	890,9 MPa	/
C1A	943,1 MPa	30	943,1 MPa	/
C1A	1029,1 MPa	10	928 MPa	1029,1 MPa
C1A	1029,1 MPa	50	872 MPa	928 MPa
C1A	1029,1 MPa	190	770,3 MPa	872,2 MPa
C1A	958,5 MPa	10	1090,56 MPa	/
C1A	981,5 MPa	20	1121,28 MPa	/
C1A	1058,3 MPa	6	1038,8 MPa	1152 MPa
CN22	0,405 %	12	0,45 %	/
CN22	0,405 %	20	0,43 %	0,45 %
CN22	0,405 %	1100	0,39 %	0,43 %
CN22	0,405 %	5000	0,26 %	0,33 %
CN22	0,405 %	2830	rupture de l'éprouvette	
CN22	0,513 %	10	0,49 %	0,54 %
CN22	0,513 %	140	0,34 %	0,42 %
CN22	0,522 %	5	0,49 %	0,55 %
CN22	0,522 %	15	0,42 %	0,5 %
CN22	0,522 %	80	0,34 %	0,38 %

**Tableau II.4:** essais de fatigue oligocyclique à 200°C sur éprouvettes multisection revêtues par C1A ou CN22.

Les séquences d'essai réalisées sur la protection CN22 ont toutes été conduites au même niveau de déformation pour une même éprouvette. La figure II.40 présente le diagramme donnant l'amplitude de déformation mécanique en fonction de la durée de vie de

la protection. Des lois simples de type Basquin ne peuvent pas être appliquées directement aux résultats macroscopiques. Le mécanisme de fissuration doit être étudié plus avant afin de proposer un modèle faisant intervenir des paramètres à l'échelle microscopique.

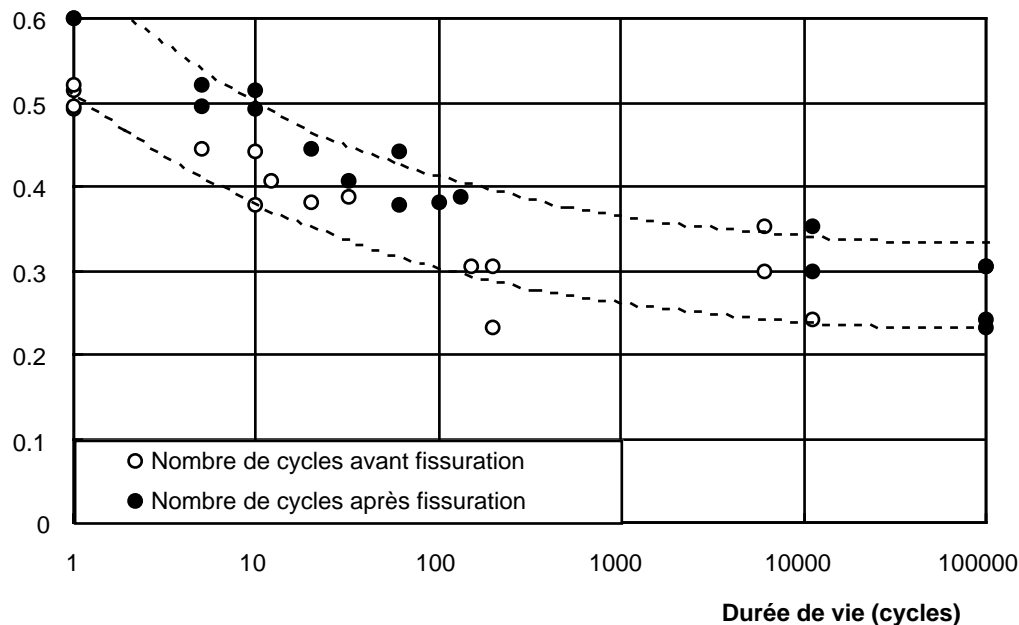


Figure II.40: encadrement de la durée de vie de la protection CN22 en fatigue oligocyclique à 200°C.

### II.5.3 Mécanisme de rupture de la protection

Le premier essai de fatigue oligocyclique sur la protection CN22 a été conduit jusqu'à la rupture de l'éprouvette. Celle-ci s'est produite après 8962 cycles de fatigue.

La figure II.41 montre le faciès de rupture de cette éprouvette. La photographie de gauche montre une zone plane en forme de croissant de lune qui intercepte environ 2/3 du périmètre de l'éprouvette. Le reste du faciès est très accidenté et présente une rupture cristallographique due à l'instabilité finale.

La photographie de droite est un agrandissement d'une zone du croissant de lune. La protection est visible à la surface de l'éprouvette. La zone plane est parcourue par des rivières de clivage et se raccorde aux plans de rupture fortement inclinés. Ce faciès suggère un amorçage de l'endommagement résultant de la fissuration de la protection et une propagation en fatigue dans le substrat qui donne lieu à la zone plane. La rupture finale intervient lorsque la section de l'éprouvette est réduite au point d'atteindre la contrainte critique de clivage du substrat par l'activation d'un système de glissement principal.

Pour comprendre ce mécanisme d'amorçage, la protection doit être examinée à plus petite échelle. Les figures II.42 et II.43 montrent respectivement une zone où la rupture de la protection est transgranulaire et une zone intergranulaire.

La proportion entre ces deux types de fissuration a été mesurée à 68% de rupture transgranulaire.

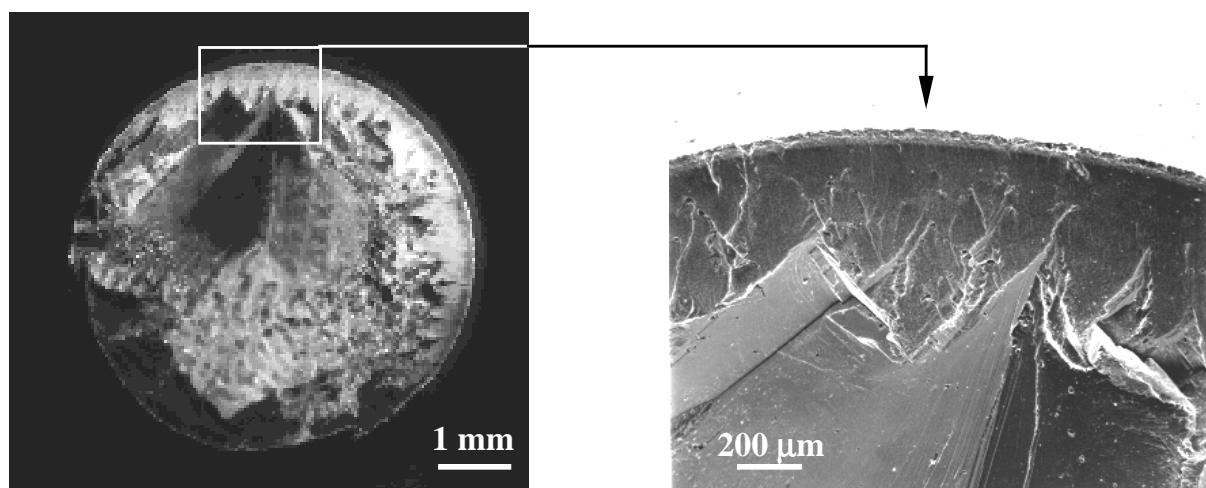


Le faciès de rupture dans la zone transgranulaire de la figure II.42 n'est pas parfaitement plane. Les plans qui clivent dans la couche externe de grains de la protection ne semblent pas tout à fait perpendiculaires à l'axe de sollicitation, ce qui explique la présence des marches raccordant les plans qui clivent les uns aux autres.

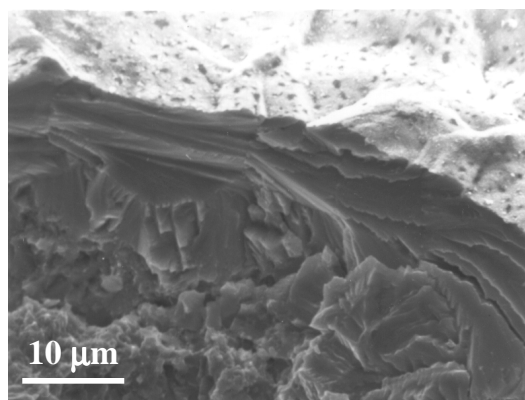
La figure II.44 montre un troisième type de faciès de fissuration. Dans des zones où la rupture est transgranulaire, des grains isolés ou assemblés au maximum par groupes de trois, ont un plan de rupture parfaitement perpendiculaire à l'axe de sollicitation. Il semble que toute la surface du grain soit clivée selon le même plan puisque le faciès est plan, sans aucune marche. Ces zones sont peu nombreuses et représentent moins d'un cinquantième de la longueur totale affectée par le clivage.

Les grains clivés perpendiculairement à l'axe de sollicitation sont peut être des grains orientés de manière idéale et pourraient constituer des sites d'amorçage.

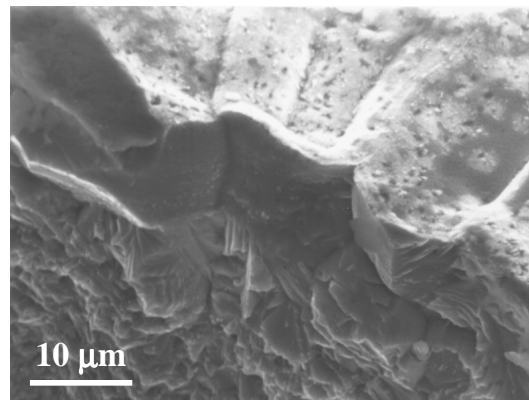
Dans la suite, l'amorçage sera décrit par le clivage d'un grain bien orienté parmi toutes les orientations possibles. Ce clivage initial constitue un défaut initial qui se propage de manière quasi-instantanée puisque les fissures de fatigue n'ont jamais pu être observées pour des tailles intermédiaires. Un report de charges des zones fissurées sur les plus proches voisins pourrait déclencher une réaction en chaîne qui conduirait à une rupture très rapide, en quelques cycles.



**Figure II.41:** faciès de rupture d'une éprouvette multisection Ø6 revêtue par la protection CN22, sollicitée en fatigue oligocyclique à 200°C;  $\Delta\epsilon=0,405\%$ ; 8962 cycles.



**Figure II.42:** zone de rupture transgranulaire avec



**Figure II.43:** zone de rupture intergranulaire.

marches. Faciès le plus fréquent.

Faciès minoritaire.

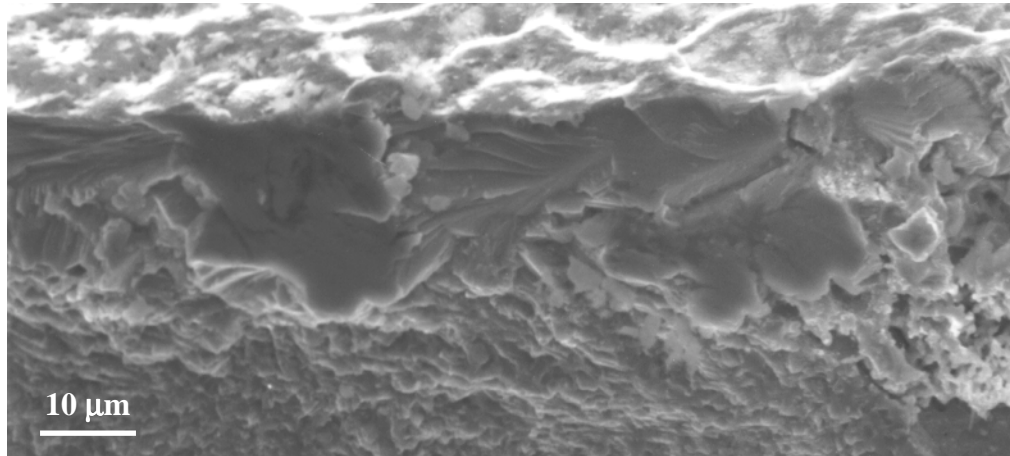


Figure II.44: zone de rupture transgranulaire sans marches présentant deux sites planes d'amorçage possible.

## **II.6. Modélisation de la rupture fragile de la protection en fatigue à 200 °C**

### **II.6.1. Configuration du modèle**

#### **II.6.1.1. Terminologie**

Les quelques termes qui sont définis ci-dessous sont utilisés dans le modèle développé.

*Séquence*: nombre de cycles réalisés à même amplitude de déformation

*Section*: les sections de l'éprouvette d'essai sont numérotées par diamètres croissants à partir de 0. S0 est donc la section centrale. Dans le fichier de saisie du logiciel, les sections de la première éprouvette testée sont numérotées de 0 à i, celles de la deuxième éprouvette testée sont numérotées de i+1 à j et ainsi de suite.

*Etape*: ce terme n'est pas relatif à l'expérience. Il désigne, dans le logiciel d'identification, le groupe d'éléments courants de la protection qui sont affectés par la propagation de la fissure.

*Élément*: résulte de la discrétisation de la protection pour l'identification des paramètres de la loi de Basquin.

*Élément i*: l'élément qui clive en premier à l'étape 0 (i signifie initial).

*Ensemble {i+k}*: ensemble des éléments affectés par la fissuration à l'étape k.

#### **II.6.1.2. Géométrie**

La couche d'aluminium de nickel, C1A ou CN22, est discrétisée par des éléments circonférentiels (Figure II.45).

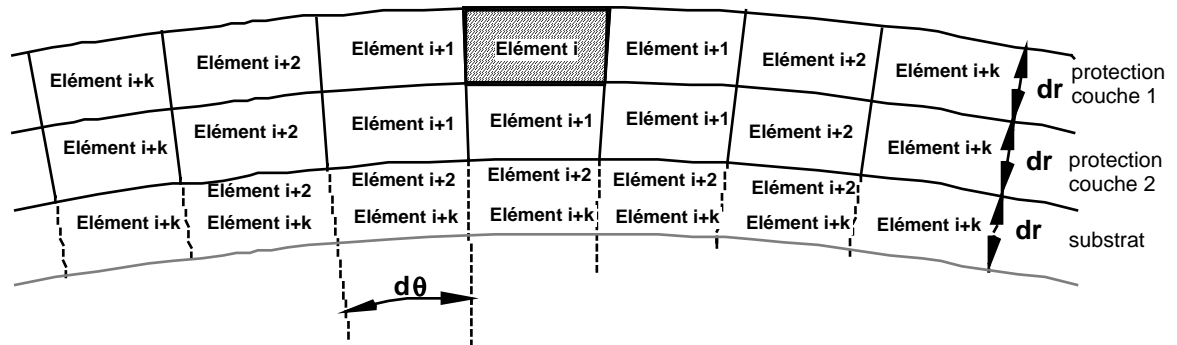


Figure II.45: discrétisation de la protection et du substrat

Deux épaisseurs  $dr$  composent la protection. Une troisième épaisseur  $dr$ , introduite dans le substrat, constitue une couche virtuelle qui supportera les transferts de charge lors de l'extension de la fissure dans la protection.

L'essai de fatigue mené jusqu'à la rupture totale de l'éprouvette et décrit dans le paragraphe II.5.3 a montré que la durée de vie de la protection, en terme d'amorçage d'une fissure fragile, était environ 1000 fois inférieure à la durée de vie qui permet de propager une fissure de 0,5mm dans le substrat (Le paragraphe II.5.3 fournit davantage de précisions sur le faciès de rupture). Cela montre que le substrat ne fissure, ni au stade de l'amorçage des fissures dans la protection, ni lors de la propagation brutale de la fissure. Dans le modèle, l'extension de la fissure est donc parallèle au substrat et la couche virtuelle dans le substrat ne se fissure pas.

On choisit l'angle  $d\theta$  de telle sorte que  $Rd\theta = dr$ , où  $R$  est le rayon du substrat. Comme  $R$  est grand devant  $dr$ , on peut supposer que l'aire de tous les éléments est constante et égale à  $Rd\theta dr$ .

### II.6.1.3. Mécanisme de fissuration

On suppose que la rupture du premier élément  $i$  (initial) correspond à la rupture d'un grain orienté de manière idéale. Or la contrainte critique mesurée expérimentalement par les essais de traction sur éprouvettes multisections est une contrainte macroscopique. Dans un polycristal dont les grains sont orientés de manière isotrope, il existe des grains dont l'orientation leur confère une contrainte critique plus faible que la contrainte macroscopique si bien que la rupture de l'élément  $i$  intervient dès le premier cycle de fatigue.

L'étape 0 correspond au clivage de l'élément  $i$ .

A l'étape 1, la fissure initiale de l'élément  $i$  avance dans l'ensemble  $\{i+1\}$ . Un transfert de charge a lieu de l'élément  $i$  aux éléments de l'ensemble  $\{i+1\}$

A l'étape  $k$ , l'ensemble  $\{i+k-1\}$  vient de se fissurer totalement et l'ensemble  $\{i+k\}$  se trouve affecté.

## **II.6.2. Mécanique de la fissuration**

### **II.6.2.1. Le transfert de charge**

Il est défini par l'accroissement de charge subi par un ensemble d'éléments  $\{i+k\}$  lors du passage de l'étape  $k-1$  à l'étape  $k$ . Cet accroissement est une fonction des aires relatives entre deux ensembles d'éléments.

$$\sigma_{\{i+k\}} = \sigma_{\{i+k-1\}} (1 + \text{surface qui vient de fissurer} / \text{surface des plus proches voisins})$$

$$\sigma_{\{i+k\}} = \sigma^\infty \prod_1^k (1 + \text{surface qui vient de fissurer} / \text{surface des plus proches voisins})$$

En considérant la géométrie du problème, les transferts de charge relatifs aux étapes 1 et 2 doivent être décrits de façon particulière puis, une tendance générale s'installe. L'étape 1 consiste à reporter la charge d'un élément sur ses cinq voisins  $\{i+1\}$  (voir Figure II.45).

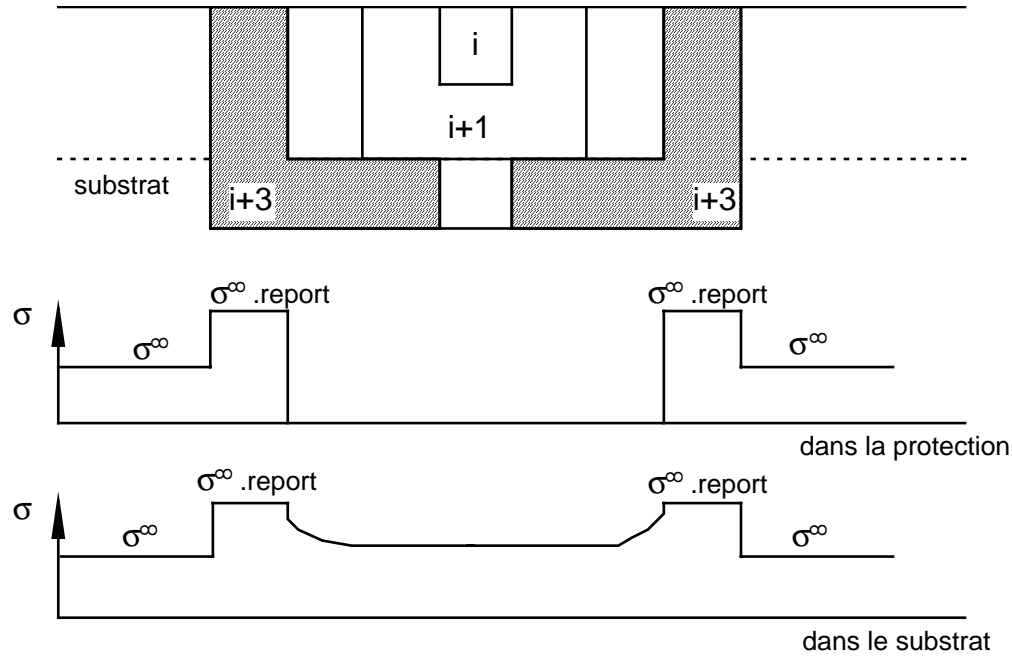
A l'étape 2, cinq éléments cassent et leur charge se reporte sur neuf éléments, dont quatre dans la protection et cinq dans le substrat. En toute rigueur, il faudrait tenir compte des modules d'élasticité respectifs de la protection et du substrat pour pondérer le transfert de charge. Nous avons négligé cet aspect puisque la différence de modules d'élasticité entre la protection et le substrat à 200°C n'est que de 20000 MPa.

A partir de l'étape 3, la rupture affectera toujours quatre éléments de la protection (les éléments du substrat ne cassent pas) dont la charge sera répartie sur dix éléments (quatre dans la protection et six dans le substrat). Nous avons choisi de ne pas recharger les éléments de substrat qui ne jouxtent pas directement les éléments cassés de la protection. En effet, la singularité causée par la fissuration de la protection et qui induit l'accroissement de la charge, n'affecte que les plus proches voisins de la fissure.

La schématisation du profil de charge dû au report au voisinage de la fissure est représenté en figure II.46.

La suite géométrique décrivant le transfert de charge est donnée par l'expression II.31:

$$\sigma_{\{i+k\}} = \sigma^{\infty} \frac{5}{3} \left( \frac{7}{5} \right)^{k-1} \quad \text{II.31}$$



**Figure II.46:** report de charge sur les plus proches voisins.

### II.6.2.2. Effet de l'orientation des grains

L'orientation des grains est supposée isotrope dans l'espace. De l'étape 0 à l'étape 1, on passe d'une orientation du grain  $i$  idéale, à une orientation quelconque pour les grains de l'ensemble  $\{i+1\}$ .

L'environnement de  $i$  est représenté par un milieu homogène équivalent dont la contrainte critique dépend de l'orientation moyenne des grains. Cette contrainte critique est celle mesurée sur les éprouvettes multisections au paragraphe II.2.3.3.1.

### II.6.2.3. Effet de volume

Le clivage du premier grain peut avoir lieu n'importe où sur la section. Ensuite, lorsque la fissure progresse, la zone affectée est située en pointe de fissure et le volume concerné n'est donc plus aussi étendu.

A partir de la troisième étape, le report de charge s'applique toujours sur quatre éléments de la protection et six éléments du substrat. On considèrera donc que le volume de matière associé à cette étape de fissuration est le volume de quatre éléments.

#### II.6.2.4. Propagation de la fissure

La description de la propagation est très simpliste puisqu'elle est calculée de manière monodimensionnelle, alors que le modèle présente une configuration en tranches bidimensionnelles.

La taille du défaut initial est la taille de l'élément  $i$ , c'est à dire  $Rd\theta=dr$ .

La propagation est régie par une loi de Basquin (expression II.32):

$$\frac{da}{dN} = \lambda \left( \frac{\Delta\tilde{\sigma}}{2\tilde{\sigma}_c} \right)^{1/b} \quad \text{II.32}$$

où  $\Delta\tilde{\sigma} = \Delta\sigma^\infty$  . (facteur de report de charge);

$\tilde{\sigma}_c = \sigma_c$  .(facteur d'effet de volume);

$\lambda$  et  $b$  sont les paramètres du modèle à identifier.

On dira que l'ensemble d'éléments  $\{i+k\}$  est entièrement fissuré à l'étape  $k$  lorsque la taille de la fissure a augmenté d'au moins  $dr$  au cours de cette étape. Si l'accroissement de taille est supérieure à  $dr$ , on incrémente la taille atteinte à la fin de l'étape  $k$  de  $dr$  seulement. Cela signifie qu'on ne fissure pas plus d'un groupe d'éléments pendant une étape.

En résumé, la taille de la fissure à la fin d'une étape  $k$  est  $(k+1)dr$ .

Le nombre de cycles final est atteint lorsque  $\tilde{\sigma}_{\max} = \tilde{\sigma}_c$ ; II.33

où lorsque  $da/dN=\lambda$ . II.34

(ce qui équivaut à  $\Delta\tilde{\sigma} = 2\tilde{\sigma}_c$ )

#### II.6.3. Identification des paramètres

Un logiciel écrit en langage Think Pascal permet d'identifier les deux paramètres  $b$  et  $\lambda$ . Il est présenté en annexe 3. Le logiciel fournit l'ensemble des couples  $(b, \lambda)$  admissibles pour chaque section, c'est à dire les valeurs qui sont telles que le critère d'arrêt soit atteint lorsque le nombre de cycles total calculé est compris entre le nombre de cycles avant et après fissuration obtenus expérimentalement.

L'identification sur chaque section nous donne un ensemble de couples  $(b, \lambda)$  admissibles. Le couple de valeurs choisi pour constituer les paramètres du modèle est un couple appartenant à l'intersection des ensembles de couples de chaque section.

Les couples  $(b, \lambda)$  retenus pour les deux protections sont indiqués dans le tableau II.5.

	b	$\lambda(\mu\text{m})$
C1A	0,12	57
CN22	0,16	294

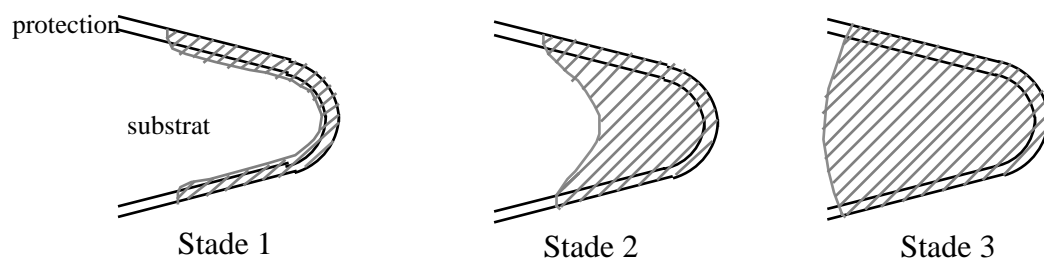
**Tableau II.5:** paramètres identifiés pour les protections C1A et CN22.

D'après le tableau II.2 et la figure II.6, le diamètre moyen des grains de C1A et CN22 est respectivement  $d_{\text{C1A}}=25,6\mu\text{m}$  et  $d_{\text{CN22}}=29,6\mu\text{m}$ . Ainsi, une sollicitation  $\Delta\sigma$  atteignant  $2\sigma_c$  conduit à une fissure au premier cycle de taille  $\lambda$ , c'est à dire 2 grains de C1A et 10 grains de CN22. On pourrait donc retrouver ici la fragilité accrue de CN22 par rapport à C1A, ou bien mettre en évidence un effet de texture plus important pour le revêtement CN22.

## **II.7. Prédiction de la durée de vie de la protection C1A en fatigue thermique**

### **II.7.1. Mécanisme de fissuration en fatigue thermique**

En s'appuyant sur les expériences de fatigue thermique conduites par Chataigner (documents internes ENSMP) et présentées dans le paragraphe II.4.2, la propagation d'une fissure dans une éprouvette prismatique a été décrite par les trois stades décrit par la figure II.47.



**Figure II.47:** propagation d'une fissure au bord d'attaque de l'éprouvette prismatique en fatigue thermique.

Le stade 1 représenté sur la figure II.47 correspond à l'accroissement brutal de longueur de fissure en surface. Il est visible sur la figure II.37 où la longueur de fissure augmente rapidement dans les 100 premiers cycles. La protection est cassée sur une grande longueur alors que le substrat est peu endommagé.

La fissure amorcée dans la protection au stade 1 pénètre alors dans le substrat tandis que la longueur en surface augmente plus lentement. Le stade 2 correspond au palier de la figure II.37 où, entre 100 et 400 cycles, la longueur de fissure en surface n'évolue quasiment plus. En revanche, la fractographie de la figure II.38 (ii) observée au bout de 245 cycles, montre que le substrat est affecté par la fissuration. La vitesse de fissuration en surface est devenue quasiment nulle mais la fissure tend à reprendre une forme semi-elliptique en profondeur, comme dans le cas de la fissuration du matériau nu.

Enfin, comme le montre la figure II.37 après 400 cycles, le front de fissure au cours du stade 3 est devenu quasiment semi-elliptique et la vitesse de fissuration rejoint celle du matériau nu.

La fissuration de l'éprouvette prismatique en fatigue thermique est donc gouvernée par deux mécanismes concourants. D'une part, la protection est susceptible de casser et la fissure ainsi formée peut se propager dans le substrat. D'autre part, le substrat peut fissurer avant la protection, mais la rupture d'un élément de substrat entraîne forcément la rupture de la protection située au-dessus.

Pendant le stade 1, la protection casse avant le substrat. Pendant le stade 2, le substrat commence à casser mais la protection située au-dessus étant déjà fissurée, des mesures de surface ne montrent pas d'accroissement de longueur. Au devant de l'extrémité de la fissure, les contraintes dans la protection sont proches de sa limite d'endurance si bien que la durée de vie de la protection excède largement celle du substrat. A partir du stade 3, la durée de vie de la protection est très grande et tout se passe comme si le matériau n'était pas revêtu. La fissuration du substrat induit celle de la protection.

## **II.7.2. Calcul de la fissuration de la protection en fatigue thermique**

### **II.7.2.1. Discrétisation de l'éprouvette prismatique**

Comme l'a déjà mentionné le paragraphe II.4.2, les contraintes et les déformations ont été calculées dans le substrat et dans la protection au-dessus du substrat.

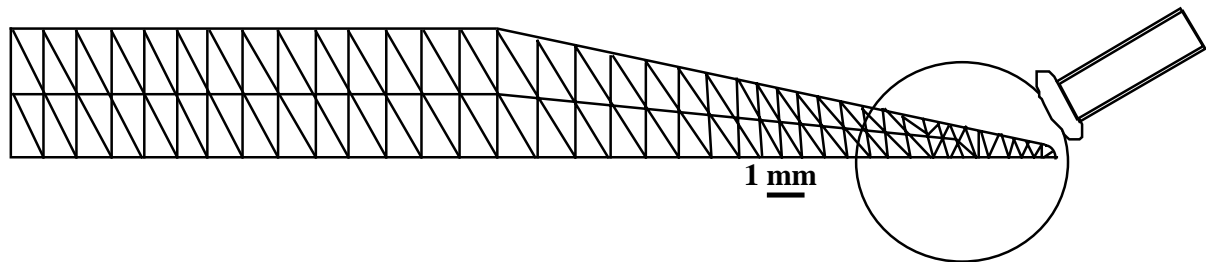
La figure II.48 (i) présente le maillage qui a été utilisé chez SNECMA. Pour cette étude, les éléments de la pointe ont été repris mais ils ont été groupés par tranches globalement perpendiculaires à l'axe de symétrie longitudinal de l'éprouvette. Ces tranches sont représentées sur la figure II.48 (ii) qui montre la zone visualisée dans la loupe de la figure II.48 (i).

Les contraintes et les déformations inélastiques relatives au substrat sont directement issues du calcul de SNECMA. Dans une tranche de substrat nommée élément  $i$ , la contrainte

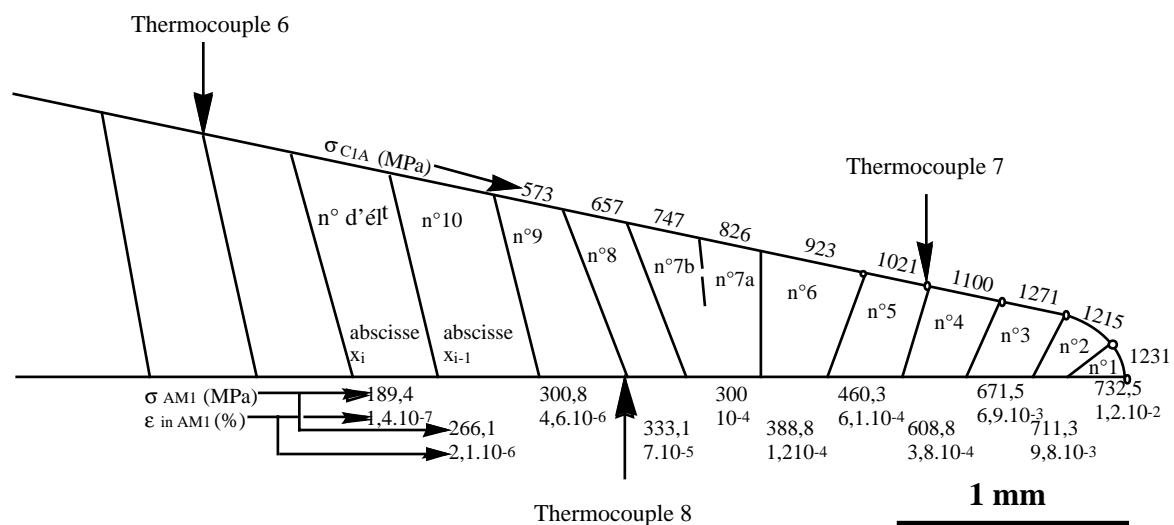


et la déformation inélastique indiquées au bas de la figure sont les valeurs moyennes des valeurs obtenues dans toutes les parties du maillage de la figure II.48 (i) incluses dans l'élément i.

Les contraintes indiquées pour la protection au-dessus de chaque élément résultent du calcul viscoplastique évoqué au paragraphe II.4.2. Ces contraintes sont calculées en chaque noeud surfacique du maillage et une valeur moyenne est calculée entre deux noeuds consécutifs. Cette valeur sera utilisée pour le calcul de propagation de fissure. La protection située au-dessus d'un élément de substrat i sera appelée élément de protection i.



**Figure II.48 (i):** maillage utilisé pour le calcul des contraintes et déformations dans l'éprouvette de fatigue thermique non revêtue.



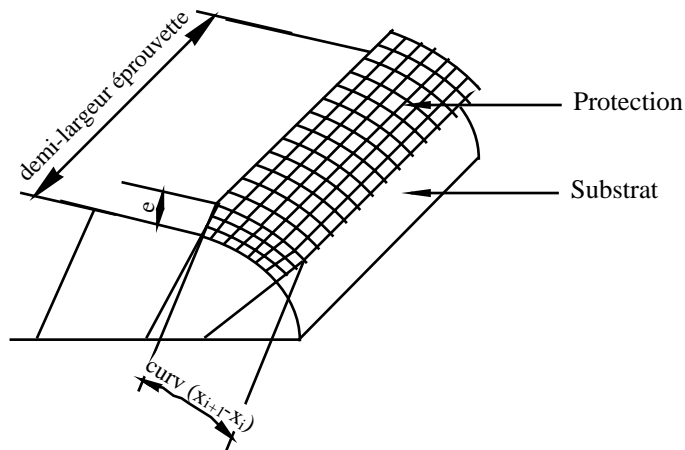
**Figure II.48 (ii):** maillage utilisé pour le calcul de la propagation de la fissure dans l'éprouvette revêtue. Le maillage de la figure II.48 (i) situé dans la loupe a été simplifié.

### II.7.2.2. Fissuration des éléments de protection

Le critère d'amorçage des fissures dans la protection, qui a été identifié par les essais de fatigue oligocyclique à 200°C, constitue un critère de rupture d'un élément de volume de protection. Il est appliqué à la protection au-dessus de chaque élément de substrat en considérant que chaque élément de protection est soumis à une sollicitation cyclique dont la contrainte maximale est indiquée par les valeurs de la figure II.48 (ii).

La protection, qui n'est présente que virtuellement pour le calcul, est considérée comme étant une couche homogène, dont l'épaisseur  $e$  est la somme des épaisseurs de sous-couche interne et externe.

Le volume de l'élément de protection doit être pris en compte et est défini par la figure II.49. La surface de l'élément de protection est égale au produit de la demi-largeur de l'éprouvette par la longueur curviligne transversale notée  $\text{curv}(x_{i+1}-x_i)$  de l'élément. La variation de longueur transversale curviligne peut être négligée.



**Figure II.49:** définition du volume de protection correspondant à un élément du calcul.

Chaque élément de protection est traité comme un élément de volume dont la durée de vie est calculée par la loi identifiée au paragraphe II.6.3. A ce titre, un raffinement supplémentaire du maillage de l'éprouvette est ajouté. Dans chaque élément, la protection est subdivisée en cube de  $10\mu\text{m}$  de côtés qui représentent le maillage utilisé pour l'identification de la loi au paragraphe II.6.3.

Tous les éléments de protection sont supposés indépendants entre eux. Ainsi, lorsque la sollicitation thermique expérimentale débute, la procédure de calcul de la durée de vie à partir du critère du paragraphe II.6.3 est lancée sur chaque élément simultanément. La rupture d'un élément n'a pas de conséquence sur son voisin. Cette hypothèse peut sembler réductrice étant donné que le principe même du report de charge sur les plus proches voisins avait permis d'identifier le critère du paragraphe II.6.3. Cependant, si un tel report a une forte influence dans le maillage raffiné de l'élément de volume, son influence est tout à fait négligeable lorsque la charge dégagée par la rupture d'un élément du maillage raffiné se reporte sur un élément de protection du maillage global.

Deux cas, qui aboutissent à l'obtention de la durée de vie de l'élément  $i$ , peuvent se présenter: soit la fissure amorcée dans l'élément de protection  $i$  se propage de façon stable jusqu'à ce que sa longueur atteigne  $\text{curv}(x_{i+1}-x_i)$  et sans qu'un des critères exprimé par les expressions II.33 ou II.34 n'ait été atteint; soit un des critères II.33 ou II.34. est atteint, ce qui provoque l'arrêt de la procédure de calcul de durée de vie.

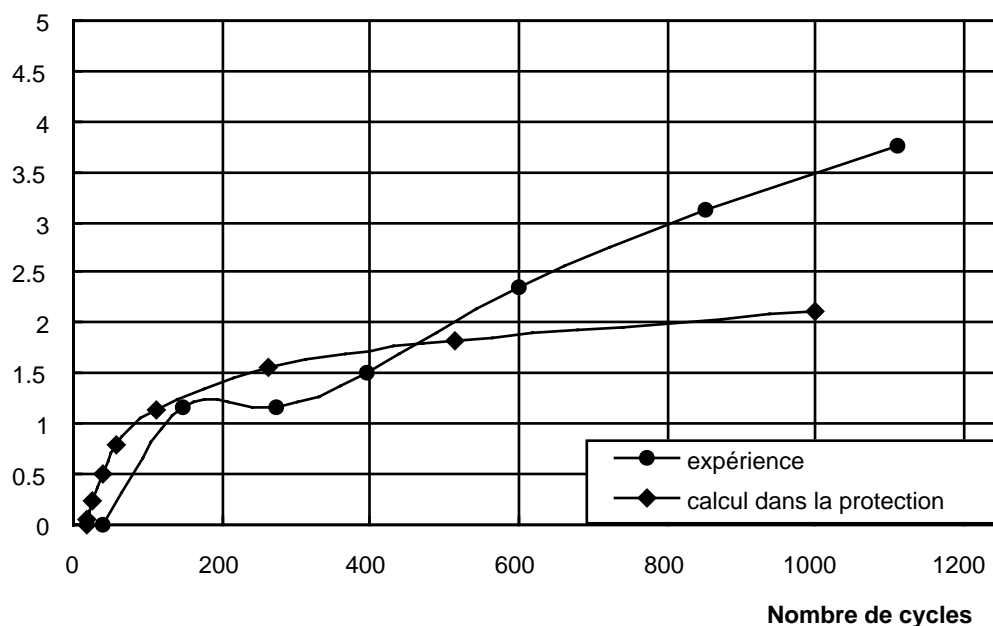
### II.7.2.3. Analyse des résultats obtenus

La figure II.50 montre les longueurs de fissure, en projection orthogonale sur l'axe de symétrie longitudinale de l'éprouvette en fonction du nombre de cycles. Les valeurs expérimentales en cercles pleins sont comparées aux valeurs calculées en losanges pleins.

L'amorçage de la fissuration a lieu en 40 cycles lors de l'expérience. Le calcul prédit 18 cycles et s'oriente donc dans le sens de la sécurité. Pendant le stade 1 (figure II.47), la longueur de fissure calculée augmente trop rapidement.

Au stade 2, où la fissure expérimentale s'arrête, la longueur de fissure calculée est supérieure aux valeurs expérimentales. Toutefois, le modèle donne une bonne description de la propagation pendant ces deux stades.

Au stade 3, la fissure expérimentale recommence à croître. En revanche, la longueur de fissure calculée reste bien trop faible. La limite d'endurance de la protection doit se trouver proche des valeurs de contrainte rencontrées au stade 3 et l'accroissement de la courbe expérimentale vient de la fissuration du substrat qui induit celle de la protection.



**Figure II.50:** longueur de la fissure mesurée en surface de l'éprouvette de fatigue thermique en projection orthogonale sur l'axe de symétrie longitudinal. Comparaison entre l'expérience et le calcul d'après le modèle d'amorçage des fissures dans la protection. La contribution du substrat n'est pas prise en compte ici.

### II.7.3. Contribution du substrat

Contrairement au critère d'amorçage des fissures dans la protection qui a été identifié sur les essais isothermes et validé par l'essai de fatigue thermique, la loi de propagation de fissure est proposée de manière totalement phénoménologique et sera identifiée par l'essai de fatigue thermique. Cette loi ne sera pas validée.

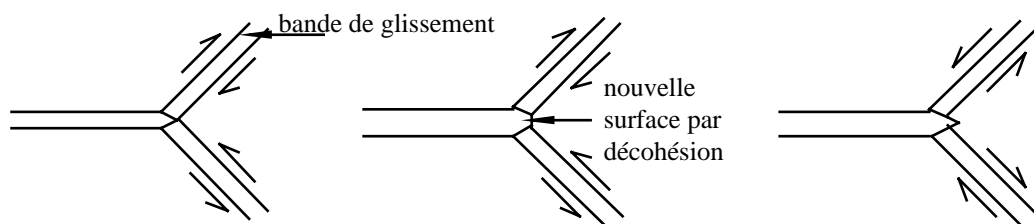
Pour décrire la propagation de la fissure dans les éléments du substrat, l'interaction fatigue-oxydation peut être prise en compte.

Une méthode simple pour prendre en compte cette interaction est de cumuler l'endommagement de fatigue et l'endommagement dû à l'oxydation. Ainsi, la propagation élémentaire de la fissure à chaque cycle peut s'écrire comme la somme de l'avancée due à l'ouverture de la fissure sous l'effet de la contrainte (endommagement par fatigue) et de l'avancée supplémentaire due à l'oxydation en pointe de fissure. La vitesse de propagation de fissure est donnée par l'expression II.35.

$$\frac{da}{dN} = \left( \frac{da}{dN} \right)_{\text{fatigue}} + \left( \frac{da}{dN} \right)_{\text{oxydation}} \quad \text{II.35}$$

### II.7.3.1. Propagation en fatigue

La vitesse de propagation par fatigue a été évaluée par le modèle de Tomkins (1968). Ce modèle décrit les stades I et II de la propagation d'une fissure dans un métal ductile. Forsyth (1961) a mis en évidence ces deux stades de propagation dans des alliages d'aluminium. Le stade I débute par une fissuration suivant un plan cristallographique sur lequel les contraintes de cisaillement sont maximales. Le stade II fait suite au stade I et la fissure s'y propage perpendiculairement à la direction de la charge. Le stade I qui peut s'apparenter à un stade d'amorçage peut durer une grande partie de la durée de vie totale, surtout à faible contrainte.



**Figure II.51:** création de nouvelles surfaces sous l'action des contraintes de tension. D'après Tomkins (1968). Schéma de gauche: début de la phase en tension. Schéma du milieu: la contrainte de rupture est atteinte en pointe de fissure. Schéma de droite: début de la phase de compression.

Tomkins (1968) décrit le stade II en supposant que deux bandes de glissement à 45° au devant de la pointe de fissure sont plastifiées durant la partie du cycle en tension (figure II.51). Le glissement de ces deux bandes permet d'atteindre la limite de rupture du matériau en pointe de fissure et une nouvelle surface apparaît. Lors de la phase en compression, le glissement des deux bandes à 45° est inversé, la fissure se ferme mais la recohésion des surfaces ne peut avoir lieu. Le stade I est supposé assimilable au stade II selon une seule

bande de glissement. Tomkins utilise l'approche de Dugdale (1960) qui modélise les contraintes cohésives en pointe de fissure par déformation plastique. La vitesse de propagation de fissure obtenue est donnée par l'expression II.36.

$$\left( \frac{da}{dN} \right)_{\text{fatigue}} = B.a \quad \text{II.36}$$

$$\text{où } B = \Delta \epsilon_{\text{in}} \left[ \frac{1}{\cos \left( \frac{\pi \sigma_{\text{max}}}{2 \sigma_u} \right)} - 1 \right]$$

$\Delta \epsilon_{\text{in}}$  est l'amplitude de déformation plastique au cours d'un cycle;

$\sigma_{\text{max}}$  est la contrainte maximale atteinte au cours d'un cycle;

$\sigma_u$  est la contrainte de rupture du matériau;

$a$  est la longueur de la fissure.

### II.7.3.2. Propagation due à l'oxydation

Le travail de Reuchet et Rémy (1983) prolongé par celui de Rémy, Rezaï-Aria, Danzer, Hoffelner et Reuchet (1988) propose une expression de la vitesse de fissuration due à l'oxydation pour l'alliage MAR-M509 (superalliage base cobalt polycristallin durci par dispersion d'oxydes).

$$\left( \frac{da}{dN} \right)_{\text{oxydation}} = f(\Delta \epsilon_{\text{in}}, \Delta t) \quad \text{II.37}$$

où  $\Delta t$  est la période d'un cycle de fatigue.

Cette expression suppose que le film d'oxyde formé en pointe de fissure se rompt à chaque cycle en tension si bien que la cinétique d'oxydation reprend au début de chaque cycle avec une nouvelle origine de temps. Tout se passe comme si l'élément de volume d'alliage situé en pointe de fissure se retrouvait à la surface au début de chaque cycle.

Vasseur (1993) a considéré que la fonction  $f$  de l'expression II.37 était homogène à une longueur nommée  $l_{\text{ox}}$ , constante pour un type et une fréquence de cycle donnés. De plus il est supposé que cette longueur ne dépend pas de la longueur de la fissure.

### II.7.3.3. Calcul de la vitesse de propagation dans le substrat

#### *II.7.3.3.1. Formalisme du modèle*

L'expression II.35 devient:

$$\frac{da}{dN} = B.a + l_{\text{ox}} \quad \text{II.38}$$

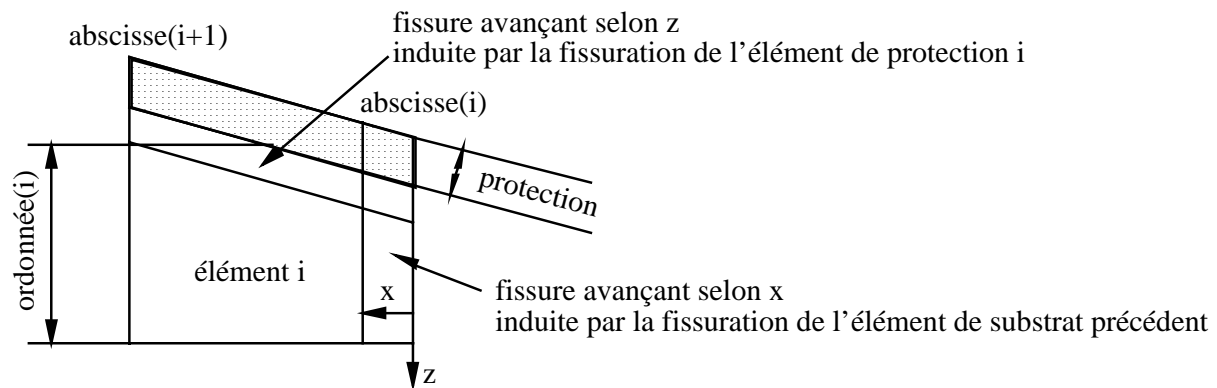
L'expression II.38 montre que pour les courtes longueurs de fissure, la vitesse de propagation est contrôlée par l'oxydation et par conséquent, est différente de zéro lorsque la longueur de fissure est nulle. L'intégration de cette expression aboutit à II.39.

$$N = \frac{1}{B} \ln \left( a \frac{B}{l_{ox}} + 1 \right) \quad \text{II.39}$$

En principe, tous les paramètres de ce modèle peuvent être déduits de mesures physiques. Cependant, la détermination de la contribution de l'oxydation  $l_{ox}$  passe par des analyses métallographiques fastidieuses pour établir des cinétiques d'oxydation. Reuchet et Rémy (1983) ont par exemple établi sur le MAR-M509 que la cinétique d'oxydation de la matrice était gouvernée par une loi en  $t^{1/2}$  et que l'oxydation préférentielle interdendritique le long des carbures durcissants était gouvernée par une loi en  $t^{1/4}$ . De plus, d'après Réger, François et Rémy (1984), l'oxydation n'est pas affectée par la déformation en-dessous d'un certain seuil de déformation inélastique et est proportionnelle à la déformation inélastique au-dessus de ce seuil.

L'objectif majeur de ce travail reste cependant l'analyse des mécanismes d'endommagement des protections. Nous n'avons pas procédé à une identification expérimentale de la contribution de l'oxydation dans le substrat. Ce terme sera considéré comme un paramètre ajustable dans le modèle.

Le calcul de la propagation dans le matériau revêtu est réalisé par un programme écrit en langage Think Pascal. L'algorithme est brièvement explicité et la figure II.52 assure une meilleure compréhension des mécanismes.



**Figure II.52:** fissuration de l'élément de substrat i induite, soit par la rupture de l'élément de substrat précédent, soit par la rupture de la protection au-dessus.

Un élément de substrat de la structure peut subir un endommagement de quatre origines différentes.

1) Fatigue pure. C'est le cas où aucune partie de cet élément n'est en contact avec l'air, c'est à dire lorsque la protection au-dessus de l'élément n'est pas encore cassée et que l'élément de substrat précédent n'est pas encore cassé.

2) Endommagement activé par la rupture de la protection. La contribution de l'oxydation s'ajoute à la fatigue pure. L'oxydation s'introduit par la surface de l'éprouvette et la propagation de la fissure a lieu dans la direction z.

3) Endommagement activé par la rupture de l'élément de substrat précédent. L'oxydation vient de l'extrémité de l'éprouvette et la fissure se propage dans la direction x.

4) Endommagement couplé, causé à la fois par la rupture de la protection avec une propagation dans la direction z et par la rupture de l'élément de substrat précédent avec une propagation dans la direction x.

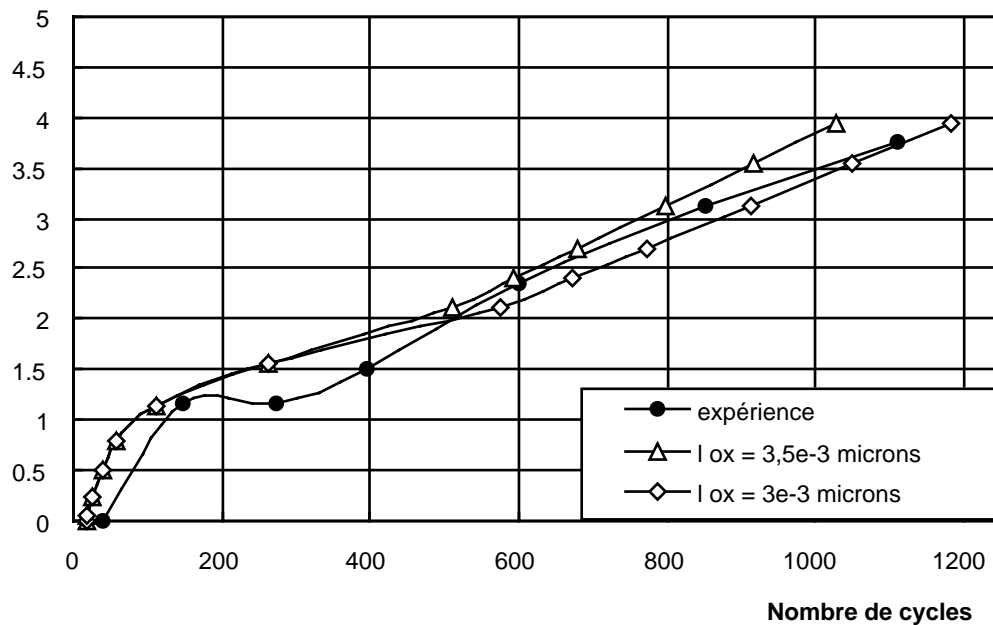
La procédure de calcul distingue ces quatre modes d'endommagement. Pour chaque élément de substrat, l'avancée de la fissure est calculée dans les directions x (parallèle à l'axe de symétrie longitudinal de l'éprouvette) et z (direction normale). Les propagations selon chaque direction sont supposées indépendantes bien qu'il soit évident que deux fissures se propageant selon x et z se rencontrent.

Un second paramètre ajustable est introduit dans le modèle: la taille initiale  $a_i$  d'un défaut dans le substrat. Pour l'identification des paramètres, cette longueur sera prise la plus petite possible pour obtenir un résultat convergent vers le cas où le défaut initial n'existe pas.

Le calcul d'un élément commence toujours dans le mode d'endommagement 1. Puis en fonction des événements se produisant dans la protection située au-dessus de l'élément ou dans l'élément de substrat précédent, le mode d'endommagement bascule vers 2, 3 ou 4. Les itérations sur le nombre de cycles permettent de calculer la longueur des fissures selon x et z. Les itérations s'arrêtent si l'une des fissures selon x ou z a traversé complètement la largeur ou la hauteur de l'élément de substrat. La durée de vie de l'élément est alors atteinte.

#### *II.7.3.3.2. Discussion des résultats*

La figure II.53 présente la courbe de fissuration expérimentale en ronds pleins, identique à celle de la figure II.50. Elle compare cette courbe à deux courbes calculées pour  $l_{ox}=3,5.10^{-3}\mu m$  en triangles évidés et  $l_{ox}=3.10^{-3}\mu m$  en losanges évidés. La taille du défaut initial dans le substrat  $a_i$  a été fixée à  $10^{-6}\mu m$ , ce qui est extrêmement faible. En fait, puisque  $l_{ox}$  est très supérieure à  $a_0$ , cette taille n'a quasiment aucune influence sur les résultats. Une variation d'un facteur 1000 sur la taille ne modifie les durées de vie que de 1 à 2 cycles. Ceci montre que la fissuration du substrat est pilotée par le terme d'oxydation et que son identification par l'expérience serait souhaitable.



**Figure II.53:** longueur de la fissure mesurée en surface de l'éprouvette de fatigue thermique en projection orthogonale sur l'axe de symétrie longitudinal. Comparaison entre l'expérience et le calcul en faisant intervenir la contribution du substrat.

Jusqu'à 300 cycles, les courbes calculées sont identiques à la courbe calculée de la figure II.50. La protection casse avant les éléments de substrat situés en-dessous.

A partir de 300 cycles, la fissuration des éléments de substrat a progressivement rattrapé la fissuration de la protection et la devance à présent. La rupture du substrat entraîne la rupture de la protection.

#### **II.7.4 Conclusion**

L'association des deux modèles, amorçage dans la protection et propagation dans le substrat, permet donc une bonne description phénoménologique de la fissuration d'une éprouvette de fatigue thermique.

La partie concernant l'amorçage de la fissuration dans la protection a été identifiée par des essais isothermes adéquats et a été validée par les essais de fatigue thermique. Ce modèle fait intervenir l'effet d'échelle qui a été identifié expérimentalement.

La seconde partie qui intègre la contribution du substrat n'a été établie que dans un but descriptif puisqu'elle n'est pas identifiée par l'expérience.



# **Chapitre III**

## **Résistance interfaciale de la barrière thermique**



## **Chapitre 3: Résistance interfaciale**

### **III.1. Le délaminage et l'écaillage**

On appellera délaminage, le développement d'une fissure parallèle aux interfaces. La fissure peut être purement interfaciale ou sub-interfaciale (parallèle à l'interface et proche de celle-ci). Ces deux cas seront appelés respectivement délaminage adhésif et délaminage cohésif.

On appellera écaillage, la perte par le substrat d'une écaille composée d'une ou de plusieurs couches du revêtement.

En fonction des conditions de chargement mécanique, thermique et de la géométrie des éprouvettes, l'amorçage du délaminage peut conduire, soit à la propagation de la décohé- sion sans aucun écaillage, soit à un écaillage brutal. La combinaison de ces deux cas, c'est à dire la propagation d'une décohé- sion achevée par un écaillage non brutal, est souvent associée à des conditions de chargement cyclique.

#### **III.1.1 Amorçage d'une décohé- sion**

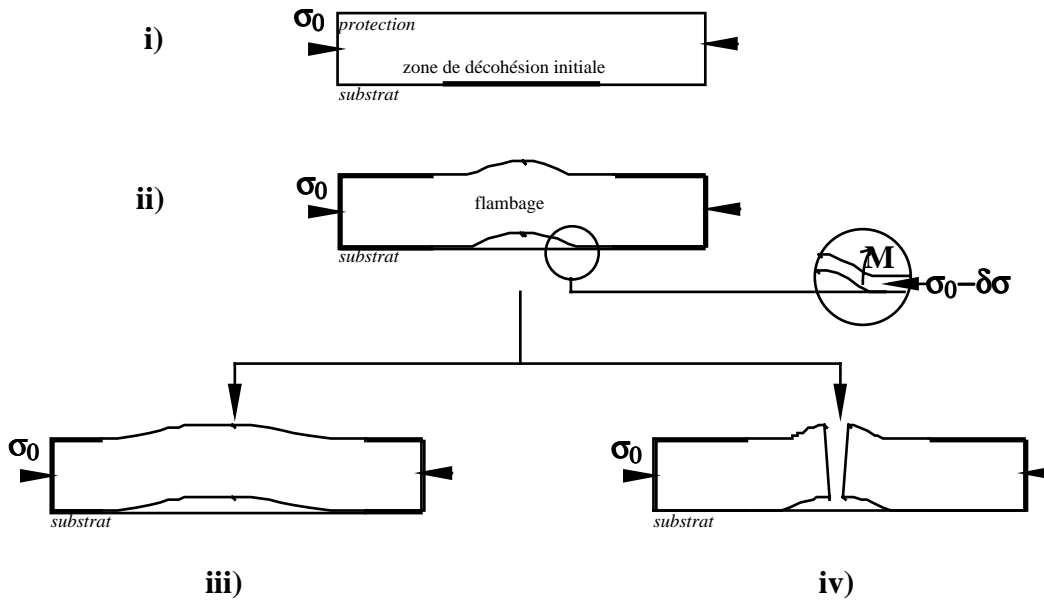
Nous ne traiterons que le cas d'une couche mince superficielle en compression biaxiale sur un substrat élastique, qui est le cas abondamment traité dans la bibliographie, s'apparentant le plus aux conditions de l'étude. De plus, Evans (1988) a montré que cet état de contrainte était le plus favorable au délaminage des oxydes.

Deux mécanismes de décohé- sion sont généralement décrits: le flambage (buckling) et l'effet de coin (wedging).

##### **III.1.1.1. Le flambage**

Le flambage est le mécanisme le plus étudié (Figure III.1). L'étude réalisée par Bottega et Maewal (1983) sur des modèles mécaniques de bimatériaux composites circulaires, montre que l'amorçage survient s'il existe une zone où l'adhésion est d'ores et déjà affaiblie ou inexistante. Hutchinson et Suo (1992) décrivent le phénomène de manière générale. La zone affaiblie peut conduire au développement d'une microfissure interfaciale (Figure III.1, i). L'état de contrainte de compression dans la couche superficielle peut alors conduire à une instabilité élastique qui provoque le flambage (Figure III.1, ii). Une concentration de contraintes de tension apparaît et il existe un moment de flexion qui tend à décoller davantage la couche mince. La contrainte de tension en pointe de fissure et le moment de flexion peuvent être calculés simplement par une analyse d'Euler en Mécanique des Milieux Continus sur une poutre encastrée en flexion.

Evans et Hutchinson (1984) ont calculé l'énergie libérée par le flambage en combinant des résultats de la Mécanique de la rupture interfaciale et de la théorie des plaques en flexion en Mécanique des Milieux Continus. Le calcul est cependant simplifié en supposant que les propriétés élastiques du substrat et du revêtement sont peu différentes, ce qui permet d'utiliser des facteurs d'intensité de contrainte classiques et un champ de contraintes classique en pointe de fissure en  $r^{-1/2}$ .



**Figure III.1:** mécanisme de flambage

- i) Décohésion initiale
- ii) Instabilité élastique
- iii) Propagation de la fissure interfaciale si l'adhérence est faible
- iv) Rupture de la couche superficielle si l'adhérence est forte

Le taux de restitution d'énergie élastique associé au flambage a été exprimé par Lawn et Wilshaw (1974), dans l'hypothèse d'une zone délaminée circulaire, la protection se comportant donc comme une plaque circulaire encastrée.

$$G = \frac{1}{2\pi a} \frac{d\delta U}{da} \quad \text{III.1}$$

où  $\delta U$  est la variation d'énergie potentielle qui résulte du flambage;  
 $a$  est le rayon de la zone circulaire délaminée.

La variation d'énergie potentielle  $\delta U$  due au flambage est représentée par la zone grisée sur la figure III.2. La contrainte de compression tangentielle dans la protection est normalisée par la contrainte critique de flambage et est représentée en fonction du déplacement radial de la protection  $\Delta$  normalisé par le déplacement radial critique de flambage  $\Delta_c$ . La protection est chargée par une contrainte tangentielle de compression biaxiale  $\sigma_0$  (figure III.1, i) supérieure à la contrainte critique  $\sigma_c$  qui provoque le flambage et il en résulte une contrainte résiduelle  $\sigma_0 - \delta\sigma$ . Le comportement de la protection flambée est supposée linéaire de pente  $\alpha$ . De plus, il est possible de négliger la variation

d'énergie dans le substrat lors du flambage si l'épaisseur de la protection est faible devant celle du substrat, ce qui est le cas dans cette étude. Ainsi on a:

$$\delta U = \pi \frac{1-\nu}{E} (1-\alpha) t a^2 (\sigma_0 - \sigma_c)^2 \quad \text{III.2}$$

où  $\nu$  et  $E$  sont le coefficient de Poisson et le module du matériau (dans l'hypothèse où ces paramètres sont identiques dans le substrat et la protection);

$a$  est le rayon de la zone délaminée;

$t$  est l'épaisseur de la protection;

$\sigma_0$  est la contrainte tangentielle dans la protection;

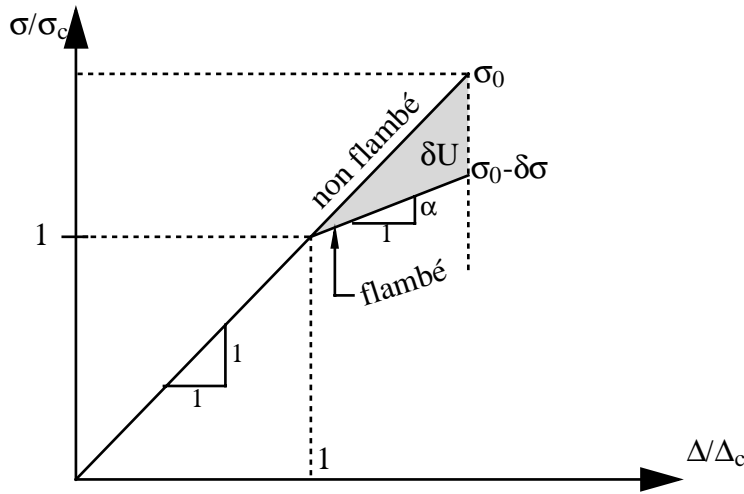
$\sigma_c$  est la contrainte critique de flambage;

$\alpha$  est la pente telle que  $\alpha = [1 + 1,207(1+\nu)]^{-1}$  qui régit le comportement délaminé.

Il en résulte un taux de restitution d'énergie élastique  $G$  associé au flambage:

$$G = \frac{1-\nu}{E} (1-\alpha) t (\sigma_0^2 - \sigma_c^2) \quad \text{III.3}$$

$$\text{avec } \sigma_c = \frac{1,22E}{1-\nu^2} \left( \frac{t}{a} \right)^2$$

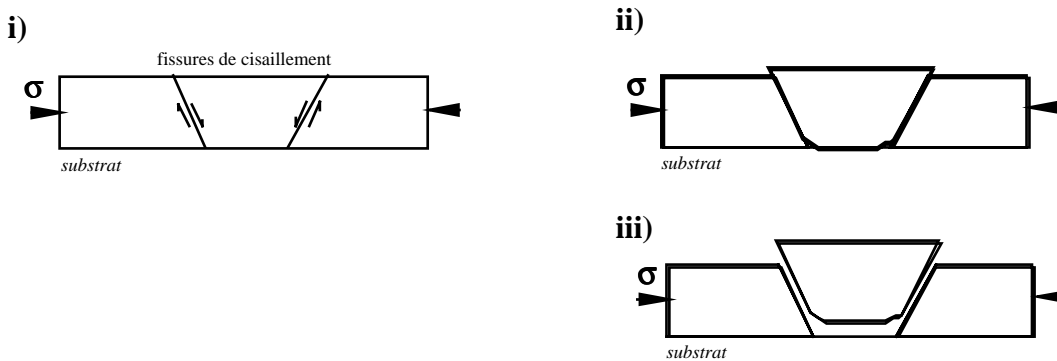


**Figure III.2:** contrainte de compression dans la protection normalisée par la contrainte critique de flambage en fonction du déplacement de la protection.

Le flambage ne peut survenir que pour des couches superficielles extrêmement minces par rapport au substrat ou pour de grandes longueurs de décohésion interfaciale initiale. Dans le cas contraire, le mécanisme de coin sera favorisé.

### III.1.1.2. L'effet de coin

Décrit par Evans, Strawbridge, Carolan et Ponton (1997), l'amorçage de l'effet de coin ne nécessite pas la présence d'une zone interfaciale affaiblie (Figure III.3). Il a lieu par fissuration en cisaillement de la couche mince (Figure III.3, i). L'état de contrainte compressif dans la couche superficielle peut alors conduire à l'amorçage d'une fissure interfaciale partant des fissures transverses (Figure III.3.ii). Si de surcroît, les deux parties de la couche superficielle, séparées par la fissure transverse, glissent l'une sur l'autre, cela génère des contraintes de traction qui tendent à ouvrir la fissure interfaciale.



**Figure III.3:** mécanisme de coin

- i) Fissuration de la couche superficielle par cisaillement
- ii) Amorçage d'une décohésion interfaciale
- iii) Ecaillage

### III.1.1.3. Compétition entre l'effet de coin et le flambage

Evans, Strawbridge, Carolan et Ponton (1997) donnent les expressions des contraintes de traction en pointe de fissure pour les deux mécanismes. Le cas où les contraintes cycliques de compression dans la couche superficielle sont d'origine thermique est étudié par l'oxydation cyclique du Ni16Cr6AlY entre la température ambiante et 1100°C. Le type de mécanisme d'endommagement observé dépend de la variation de température et de l'épaisseur d'alumine formée.

### III.1.2. Propagation

Hutchinson et Suo (1992) discutent les conditions de propagation stable ou instable associée au mécanisme de flambage. Elles sont fortement dépendantes de l'angle de phase  $\psi = \tan^{-1}\left(\frac{\text{Im}(K)}{\text{Re}(K)}\right)$ , de l'énergie d'interface  $\Gamma(\Psi)$  qui en résulte et de l'état de contrainte de la couche superficielle.

La propagation d'une fissure amorcée par flambage peut conduire à une surface écaillée très importante, voire même à l'écaillage total si la résistance interfaciale est faible (Figure III.1, iii). Si la résistance interfaciale est élevée, la décohésion ne se propage pas le long de l'interface et le flambage

de la couche mince peut provoquer sa fissuration transverse (Figure III.1, iv). En revanche, l'écaillage dû à l'effet de coin n'affecte que de petites surfaces en des endroits isolés (Figure III.3, iii).

### **III.1.3. Cas des contraintes résiduelles d'origine thermique**

Dans tous les cas précédents, la contrainte résiduelle de compression dans la couche superficielle est statique. Le cas d'un chargement dynamique a été traité par Erdogan (1965) mais toujours pour un transitoire de température continu ( $dT/dt = \text{constante}$ ).

Kokini (1987) a traité le problème pour des transitoires thermiques quelconques. Ses résultats dépendent de la configuration choisie pour le modèle: soit une fissure débouchante, soit une fissure incluse. Dans le premier cas, l'énergie de rupture est plus faible avec un transitoire quelconque qu'avec un transitoire continu. Dans le second cas, il existe un maximum de l'énergie de rupture en un instant du transitoire quelconque. De plus, ce maximum obtenu pour une configuration de modèle en fissure incluse est lui-même supérieur à toutes les énergies de rupture qu'il est possible d'engendrer lors d'un transitoire de température continu.

D'autre part, Kokini (1988) montre que l'égalité des coefficients de dilatation thermique entre les deux couches n'est pas une condition suffisante pour améliorer la résistance d'un bicouche. D'autres conditions relatives aux propriétés des matériaux ( $\rho$ ,  $k$  et  $c$  de l'équation de la chaleur ( $k\nabla^2 T = \rho c \frac{\partial T}{\partial t}$ ) et surtout à la distribution de contraintes sont nécessaires.

Si l'on compare les effets du chauffage à ceux du refroidissement, Kokini et Reynolds (1991) montrent que pour une fissure incluse,  $G$  est maximum pendant la phase de refroidissement. Pour une fissure débouchante,  $G$  est maximum à la fin du chauffage. Ces résultats sont établis grâce à la méthode de calcul de l'énergie de rupture en régime transitoire, présentée initialement par Smelser (1979).

## **III.2. Mécanique de la fissuration interfaciale**

### **III.2.1. Fissuration purement interfaciale**

#### **III.2.1.1. Singularité de contrainte en pointe de fissure**

Les concepts de la mécanique linéaire/élastique de la rupture classique, applicables aux milieux homogènes doivent être réadaptés au cas d'une fissure interfaciale séparant deux milieux élastiques semi-infinis (Figure III.4). On introduit un facteur d'intensité de contrainte complexe qui fournit une condition de propagation de fissure lorsqu'il atteint une valeur critique dans le plan complexe. Williams (1959) a mis en évidence la singularité de contrainte oscillante en pointe de fissure. Il établit que la contrainte en pointe de fissure est proportionnelle à  $r^\lambda$  et donne deux valeurs propres réelles ou complexes possibles pour  $\lambda$ .

$$\left\{ \begin{array}{l} \lambda = n - \frac{1}{2} + i\varepsilon \\ \text{ou} \\ \lambda = n \end{array} \right.$$

III.4

où  $n \in \mathbf{N}$ ;

$$i^2 = -1;$$

$$\varepsilon = \frac{1}{2\pi} \ln \left( \frac{1-\beta}{1+\beta} \right);$$

$\beta$  est le deuxième coefficient de Dundurs défini au paragraphe II.1.1.

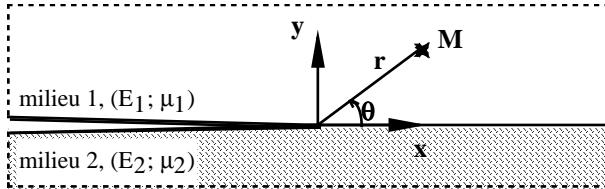


Figure III.4: fissuration interfaciale entre deux milieux élastiques homogènes semi-infinis

Le champ de contraintes en pointe d'une fissure débouchante a été déterminé complètement par Rice et Sih (1965), à la suite de Cherepanov (1962), England (1965) et Erdogan (1965).

Pour ces auteurs, les contraintes en pointe de fissure pour  $\theta=0$  sont de la forme:

$$(\sigma_{yy} + i\sigma_{xy})_{\theta=0} = K(2\pi r)^{-1/2} r^{i\varepsilon} \quad \text{III.5}$$

$$K = k_1 + ik_2 \in \mathbf{C}$$

Puisque  $r^{i\varepsilon} = \cos(\varepsilon \ln r) + i \sin(\varepsilon \ln r)$ , la solution présente ce que l'on appelle une singularité oscillante. Elle prédit une interpénétration des faces de la fissure très près du front. Ce problème a été analysé par Comninou (1977).

En toute rigueur, cette interpénétration ne peut avoir lieu physiquement ce qui suggère donc des limites pour ce type d'analyse. Cependant on considère souvent que l'in vraisemblance physique, à l'échelle de la pointe de fissure, n'est pas un inconvénient si la zone affectée est très petite devant la longueur de la fissure.

L'énergie de rupture libérée par la création d'un incrément de fissure d'aire unité est donnée par Malyshev et Salganik (1965).

$$G = (C_1 + C_2) K \bar{K} / 16 \cosh^2(\pi \varepsilon) \quad \text{III.6}$$

où  $\bar{K}$  est le conjugué de  $K$ ;

$$C_i = \frac{1 + \eta_i}{\mu_i};$$

$\mu_i$  est le module de cisaillement de la couche  $i$ ;

$$\eta_i = \begin{cases} 3 - 4\nu_i & \text{déformations planes} \\ (3 - \nu_i)/(1 + \nu_i) & \text{contraintes planes} \end{cases}$$

Dans le cas d'une fissure interfaciale de longueur  $L$  soumise à un champ de contraintes externes

$$\sigma_\infty, \text{ Rice (1988) montre que } K = (\sigma_{yy} + i\sigma_{xy}) (1 + 2i\varepsilon) L^{-i\varepsilon} \sqrt{\pi L/2} \quad \text{III.7}$$



Comme on l'a déjà évoqué précédemment, ces solutions trouvent leurs limites lorsqu'on se place très près de la pointe de fissure, soit en raison d'une non-linéarité d'un des matériaux (zone plastique), soit en raison de l'interpénétration des faces de la fissure.

D'autres solutions sont données dans l'annexe 4 pour une fissure interfaciale incluse ou un alignement périodique de fissures interfaciales. On met aussi en évidence l'ambiguïté qui existe entre les auteurs en ce qui concerne l'adoption d'une formulation unique.

### III.2.1.2. Interpénétration des faces de la fissure

England (1965), ainsi que Malyshev et Sagalnik (1965) suggèrent que cette singularité induit un plissement et une imbrication des deux faces de la fissure. En somme, les conditions en pointe de fissure sont mal définies. Cela rend l'utilisation de critères de rupture locaux, tel que le critère d'Irwin (1957), difficile puisqu'elle nécessite une connaissance précise des conditions en pointe de fissure.

Comninou (1977) établit une analyse qui repose sur la théorie des dislocations. Une fissure interfaciale de longueur  $2L$  entre deux milieux homogènes élastiques semi-infinis dans un champ de contraintes extérieures de tension est supposée ouverte sur une longueur  $2a$  ( $a < L$ ) et fermée à ses extrémités.

Une distribution de dislocations glissiles est placée sur  $[-L, L]$  et une distribution de dislocations sessiles sur  $[-a, a]$ .

Le champ de contraintes en pointe de la fissure ne présente plus de singularité oscillante avec ce formalisme. Les contraintes de cisaillement présentent une singularité classique tandis que les contraintes normales sont entièrement déterminées.

Atkinson (1977) tente de contourner le problème de l'interpénétration en donnant une dimension physique à l'interface à l'aide de deux configurations. Cette idée avait déjà été appliquée au cas de la fissuration transverse (paragraphe II.1.1).

i) Le premier modèle représente l'interface par une couche mince d'épaisseur  $2h$  et de module intermédiaire aux modules des deux milieux originaux. La fissure se propageant dans cette couche mince, une analyse classique peut être utilisée (Figure III.5).

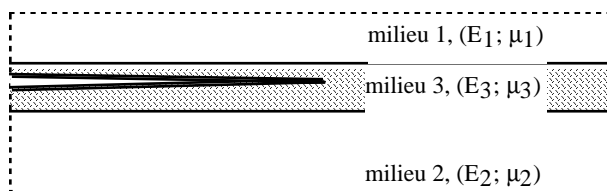
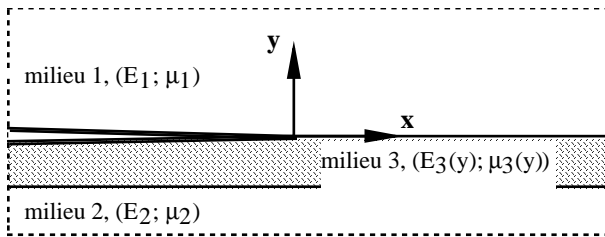


Figure III.5: introduction d'un troisième milieu homogène

ii) Le second modèle semble plus fidèle à la réalité. On introduit un milieu 3 d'épaisseur  $h$  entre les milieux 1 et 2 (Figure III.6).

La fissure se propage à l'interface entre les milieux 1 et 3 et afin de s'affranchir des problèmes d'interpénétration, on considère que les propriétés élastiques du milieu 3 varient graduellement et sont continues avec celles des milieux 1 et 2.



**Figure III.6:** introduction d'un troisième milieu à gradient de propriétés élastiques, continues aux interfaces

Bien que les contraintes et déplacements soient très différents ici de ceux calculés par la singularité oscillante, les énergies de rupture diffèrent peu, pour des conditions de chargement externe statique. En condition dynamique les résultats sont plus éloignés.

Comniniou (1990) fait toutefois remarquer que cette interpénétration des faces de la fissure, physiquement inconvenable, est un pur aléa de l'utilisation de la mécanique linéaire élastique de la rupture. Les deux types de corrections introduites par Atkinson (1977) et Comniniou (1977) sont donc superflus puisque l'élasticité linéaire n'est tout simplement pas applicable.

Knoles et Sternberg (1983) ont ainsi mis en place une analyse non linéaire qui n'impliquent pas de singularité oscillante. Cependant, leurs résultats dépendent des matériaux choisis et ne semblent pas généraux. D'autant que, même dans le cas d'une fissure dans un milieu homogène, des problèmes en mode II, traités par une analyse non linéaire, prévoient l'ouverture de fissure ou l'interpénétration selon le matériau. Ainsi l'ouverture doit se produire pour le polystyrène et le fer alors que l'interpénétration est prévue pour le verre. Les mêmes auteurs montrent des exemples où l'ouverture de fissure a lieu en présence d'une contrainte macroscopique de compression et que l'interpénétration peut survenir lorsque la sollicitation macroscopique est en traction. La richesse de ces résultats mène aux conclusions suivantes: soit la théorie non linéaire est si complète qu'elle permet de prévoir des comportements très variés, soit la théorie linéaire ne décrit pas de manière exacte le comportement local des fissures, en milieu homogène ou avec une interface.

Les perspectives offertes par des analyses élasto-plastiques de fissures interfaciales semblent plus prometteuses. Shih et Asaro (1988) ont obtenu des résultats en décrivant la plasticité confinée en pointe de fissure. La déformation est exprimée par la somme d'un terme élastique et d'un terme plastique et l'existence d'une zone de contact en pointe de fissure semble dépendre du caractère plus ou moins dominant de l'élasticité ou de l'incompressibilité des matériaux.

Enfin, ces analyses de la fissuration interfaciale ont été étendues par Jin et Noda (1995) à un cas tridimensionnel élastique pour un bimatériau constitué par deux plaques minces. Les trois modes de rupture sont alors couplés mais le facteur d'intensité de contrainte s'annule lorsque l'épaisseur de la plaque tend vers zéro. Il atteint un maximum pour une valeur fixée du rapport entre la longueur de fissure et l'épaisseur d'une plaque qui dépend des propriétés des matériaux mis en présence.

### III.2.1.3. Tentatives de simplification du concept

Des tentatives ont été menées par Rice (1988) pour utiliser un facteur d'intensité de contrainte de type classique dans le cas où  $\varepsilon$  est petit, c'est-à-dire lorsque l'on tend vers le milieu homogène. Cet auteur montre que  $\exists \tilde{r} \in \mathbf{R} / K_I + iK_{II} = K \tilde{r}^{i\varepsilon}$

Cependant, on sort ainsi de l'esprit donné par les principes mêmes de la mécanique de la rupture qui définit des paramètres caractérisant l'effet d'un chargement et l'effet de la géométrie sur le champ en pointe de fissure. Cette simplification ne peut donc être utilisée qu'en première approximation.

### III.2.2. Fissuration sub-interfaciale

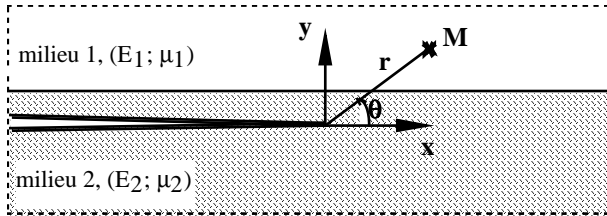


Figure III.7: fissuration sub-interfaciale de deux milieux élastiques homogènes semi-infinis

#### III.2.2.1. Formalisme

Dans certaines conditions, la fissure peut rester localisée dans une zone sub-interfaciale (Figure III.7), se propageant parallèlement à l'interface à une distance  $h$  petite devant la longueur de fissure.

Dans le cas d'une fissure sub-interfaciale semi-infinie,

$$\sigma_{yy} + i\sigma_{xy} = \frac{K_I + iK_{II}}{\sqrt{2\pi r}} \quad \text{III.8}$$

où  $K_I + iK_{II}$  est un facteur d'intensité de contrainte complexe au sens classique

Le champ de contrainte classique pour fissure semi-infinie dans un milieu homogène doit cependant tendre vers le formalisme du paragraphe I.1 lorsque  $h \rightarrow 0^+$ ,  $\forall \theta \neq \pi$ .

Hutchinson, Mear, Rice (1987) ont analysé ce cas et ont relié les deux problèmes par

$$K_I + iK_{II} = q e^{i\phi} h^{i\varepsilon}, \quad q \in \mathbf{R} \quad \text{III.9}$$

Dundurs (1969) introduit les deux paramètres  $\alpha$  et  $\beta$  en déformations planes, qui ont déjà été définis au paragraphe I.1 du chapitre 2.

Le facteur d'intensité de contraintes s'exprime alors en fonction des paramètres de Dundurs avec:

$$\begin{cases} \varepsilon = \frac{1}{2\pi} \ln \left( \frac{1-\beta}{1+\beta} \right) \\ q = \left( \frac{1-\beta^2}{1+\alpha} \right)^{1/2} \\ \Phi = \Phi(\alpha, \beta) \end{cases} \quad \text{III.10}$$

et on retrouve bien pour un milieu homogène lorsque  $\alpha=\beta=0$ ,  $K_I=k_1$  et  $K_{II}=k_2$ .

### III.2.2.2. Condition de propagation sub-interfaciale

Hutchinson, Mear et Rice (1987) montrent que l'ensemble des valeurs  $h/L$  ( $h$  = distance entre la fissure et l'interface,  $L$  = longueur de la fissure) permettant la propagation en mode I uniquement:  $\left\{ \frac{h}{L} / K_{II} \left( \frac{h}{L} \right) = 0 \right\}$ , est discret. Cependant, cela signifie également que l'accroissement de longueur de

fissure fait dévier la fissure mais avec l'hypothèse  $\frac{h}{L}$  très petit,  $\frac{dh}{dL}$  sera négligeable et l'on peut considérer que le mode I est conservé.

Enfin il est important de noter que les valeurs possibles pour  $\frac{h}{L}$ , qui autorisent donc une propagation sub-interfaciale, dépendent autant des caractéristiques du matériau que des conditions de chargement.

### III.2.3. Déviation de fissure

#### III.2.3.1. Formalisme

La déviation des fissures hors d'une interface est un phénomène couramment observé expérimentalement (Figure III.8). He et Hutchinson (1989) ont analysé ce problème en considérant une déviation de longueur  $a$ , faisant un angle  $\omega$  avec l'interface et dans le cas où  $a$  est très petit devant la longueur de la fissure interfaciale afin de s'intéresser au problème asymptotique qui décrit l'initiation de la déviation.

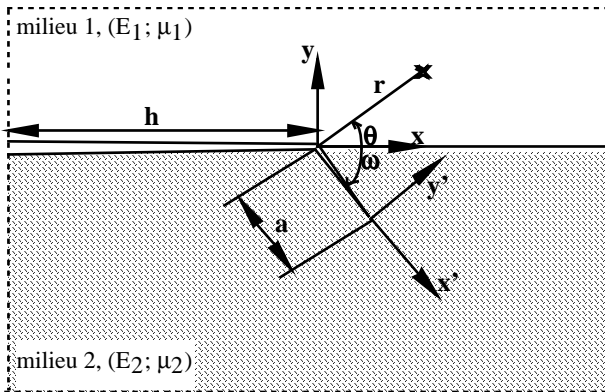


Figure III.8: déviation d'une fissure interfaciale entre deux milieux élastiques homogènes semi-infinis

Le champ de contrainte pour la fissure interfaciale semi-infinie a la forme établie au paragraphe II.1.

$$\begin{aligned}\sigma_{yy} + i\sigma_{xy} &= K(2\pi r)^{-1/2} r^{i\varepsilon} \\ K \in \mathbb{C} \text{ et } K &= k_1 + ik_2\end{aligned}\quad \text{III.11}$$

alors que, pour la fissure déviée dans le milieu 2, la singularité de contrainte à la forme classique:

$$\sigma_{y'y'} + i\sigma_{x'y'} = (K_I + iK_{II}) (2\pi x')^{-1/2} \quad \text{III.12}$$

He et Hutchinson (1989) donnent alors la relation entre  $K$  et  $K_I + iK_{II}$ .

$$K_I + iK_{II} = c(\omega, \alpha, \beta) K \alpha^{i\varepsilon} + \bar{d}(\omega, \alpha, \beta) \bar{K} a^{-i\varepsilon} \quad \text{III.13}$$

où  $\bar{K}$  est le conjugué de  $K$ ;

$(c, d) \in \mathbb{C}^2$  sont des fonctions de  $\omega, \alpha$  et  $\beta$ .

L'énergie libérée  $G_i$  a la forme donnée par Malyshev au paragraphe III.2.1.1, expression III.6 pour la fissure interfaciale. Pour la fissure déviée dans le milieu 2, l'énergie libérée est:

$$G_s = \frac{1 - \nu_2}{2G_2} (K_I^2 + iK_{II}^2) \quad (\text{forme classique}) \quad \text{III.14}$$

où  $G_2$  est le module de cisaillement de la couche 2.

La condition pour que la fissure puisse dévier de l'interface dépend du rapport entre les énergies de rupture  $G_{ic}$  et  $G_{sc}$ . La condition de propagation interfaciale est  $G_i = G_{ic}$  et la condition de propagation dans le milieu 2 est  $G_s = G_{sc}$ . Lorsque  $G_{sc}$  est assez grande par rapport à  $G_{ic}$ , la fissure restera purement interfaciale. En revanche, si les deux énergies de rupture sont du même ordre de grandeur, la déviation est possible après un temps d'incubation pendant lequel le paramètre  $\kappa$  défini par  $\kappa = \tan^{-1}(K_2/K_1)$  est compris entre 0 et  $\kappa_{\max}$ .

### III.2.3.2. Influence d'une contrainte locale tangentielle

Dans le cas où une contrainte  $\sigma_0$  parallèle à l'interface existe, résultant d'un chargement externe ou de contraintes résiduelles telles que les contraintes thermiques, He, Barlett et Evans (1991) utilisent la forme suivante pour la relation entre les facteurs d'intensité de contrainte de la fissure déviée et ceux de l'interface pure :

$$K_I + iK_{II} = cK a^{-i\varepsilon} + \bar{d} \bar{K} a^{-i\varepsilon} + b \sigma_0 a^{1/2} \quad \text{III.15}$$

où  $b(\omega, \alpha, \beta) \in \mathbb{C}$ ;

$K_I + iK_{II}$  est le facteur d'intensité de contrainte relatif à la fissure déviée;

$K = k_1 + ik_2$  est le facteur d'intensité de contrainte de la fissure interfaciale.

La compétition entre la fissuration interfaciale et la déviation est décrite par la comparaison des rapports  $\frac{G_i}{G_s}$  qui dépend de  $\sigma_0$  et  $\frac{\Gamma_i}{\Gamma_s}$ .

où  $\Gamma_i$  est l'énergie interfaciale et  $\Gamma_s$  l'énergie de surface du substrat.

Si  $\frac{\Gamma_i}{\Gamma_s} < \frac{G_i}{G_s^{\max}}$ , où  $G_s^{\max} = \text{Max}(G_s(\theta)); \forall \theta$ , la propagation est interfaciale.

Si  $\frac{\Gamma_i}{\Gamma_s} > \frac{G_i}{G_s^{\max}}$ , la fissure dévie si la force appliquée est insuffisante pour poursuivre la propagation interfaciale.

Dans le cas où une contrainte locale parallèle à l'interface existe, le paramètre sans dimension  $\eta = \sigma_0 \sqrt{a} / (E^* \cdot G_i)^{1/2}$  ( $E^*$  quantité homogène à un module) apparaît dans le rapport  $\frac{G_i}{G_s}$  mais les critères de déviation ou de non déviation restent les mêmes.

Si  $\eta > 0$ , c'est-à-dire que  $\sigma_0$  est une contrainte de traction,  $G_s$  augmente quand  $a$  augmente et la propagation de la fissure déviée devient instable.

Par contre, si  $\eta < 0$ ,  $G_s$  diminue quand  $a$  augmente, cela conduit à l'arrêt de la fissure déviée lorsque  $G_s^{\max} = \Gamma_s$ .

### **III.3. Sollicitation monotone de la barrière thermique préoxydée**

#### **III.3.1. Introduction**

Lorsque le substrat est revêtu par la barrière thermique complète, de nouveaux mécanismes d'endommagement s'ajoutent à ceux qui ont été étudiés au chapitre II. Dans ce chapitre, les essais s'intéresseront plus particulièrement à mettre en évidence la résistance de la barrière thermique au délaminage, voire à l'écaillage, lorsqu'elle a été préoxydée à 1100°C. Les essais sont réalisés à température ambiante. D'autres températures auraient pu être fixées mais cette facilité a été choisie afin de garder une cohérence dans les essais présentés dans ce paragraphe III.3 et ceux qui seront présentés au paragraphe III.4, pour lesquels le chauffage est impossible.

Délaminer la barrière thermique n'est pas aussi évident qu'il n'y paraît et d'autre part, si tant est que le délaminage se soit produit, le souci majeur réside dans la mise en place d'essais qui soient quantifiables.

Le premier obstacle conduit à définir une géométrie d'éprouvettes spécialement conçue pour étudier le délaminage. Les essais couramment utilisés pour tester des résistances interfaciales sont passés en revue par Rickerby (1988). Parmi eux nous trouvons:

- l'essai d'arrachement;

- l'essai d'indentation en surface ou en coupe; le second essai sera appliqué dans la deuxième partie de ce chapitre et l'on verra qu'il présente beaucoup d'inconvénients;
- l'essai de rayure (scratch test);
- l'essai de flexion.

Nous avons choisi de mettre au point une nouvelle méthode qui fait appel à une déformation mécanique comme pour l'essai de flexion mais en utilisant une éprouvette axisymétrique sollicitée en traction.

Le délaminage d'une barrière thermique est principalement causé par l'action de contraintes radiales, dans le cas d'un substrat courbe. Ces contraintes ont pour origine les contraintes d'origine thermique qui se superposent aux contraintes de croissance développées pendant la préoxydation. A température ambiante après la préoxydation, le système est dans un état dans lequel les contraintes résiduelles locales sont légion. Une sollicitation mécanique appropriée doit être appliquée pour rompre la stabilité. Cette sollicitation doit permettre d'ajouter des contraintes radiales d'origine mécanique.

De plus, comme nous l'avons défini au paragraphe III.1, le délaminage est un stade initial de l'endommagement par le développement d'une fissure interfaciale. La dégradation pourrait être suivie par des méthodes d'émission acoustique mais cela demande une procédure d'étalonnage sur de nombreuses éprouvettes pour que le signal acoustique soit bien interprétable. Ne disposant que d'un faible nombre d'éprouvettes, l'endommagement ne sera examiné qu'à la fin des essais, par une méthode destructive.

### **III.3.2. Procédure d'essai**

#### **III.3.2.1. Définition des éprouvettes**

Dans un souci d'économie, qui fait déjà partiellement défaut par la mise en place d'une procédure d'essai destructive, il est souhaitable qu'un seul essai permette d'explorer toute une plage de niveaux de déformation, ce qui reprend l'esprit des essais réalisés sur la sous-couche seule avec les éprouvettes multisections décrits au chapitre II.

Cependant, cette éprouvette ne peut pas être réutilisée pour la barrière thermique complète car sa géométrie présente trop de singularités de contraintes aux congés de raccordement des sections. Une éprouvette ressemblante mais adaptée aux barrières thermiques a été conçue. Cette éprouvette de géométrie axisymétrique dont la génératrice est une portion de cercle concave est définie en figure III.9.

L'éprouvette est nommée *AG2C (Axisymétrique à Génératrice Circulaire Concave)*. Le sens de la courbure (concave ou convexe) est défini pour un observateur de l'éprouvette. Le rayon de courbure concave de 22mm est constant tandis que le rayon convexe évolue de 3mm pour la section transverse centrale de l'éprouvette à 9mm au raccordement avec les têtes.

La direction cristallographique [001] du substrat est dirigée selon l'axe de symétrie longitudinal de l'éprouvette. La barrière thermique est déposée sur toute la partie concave.

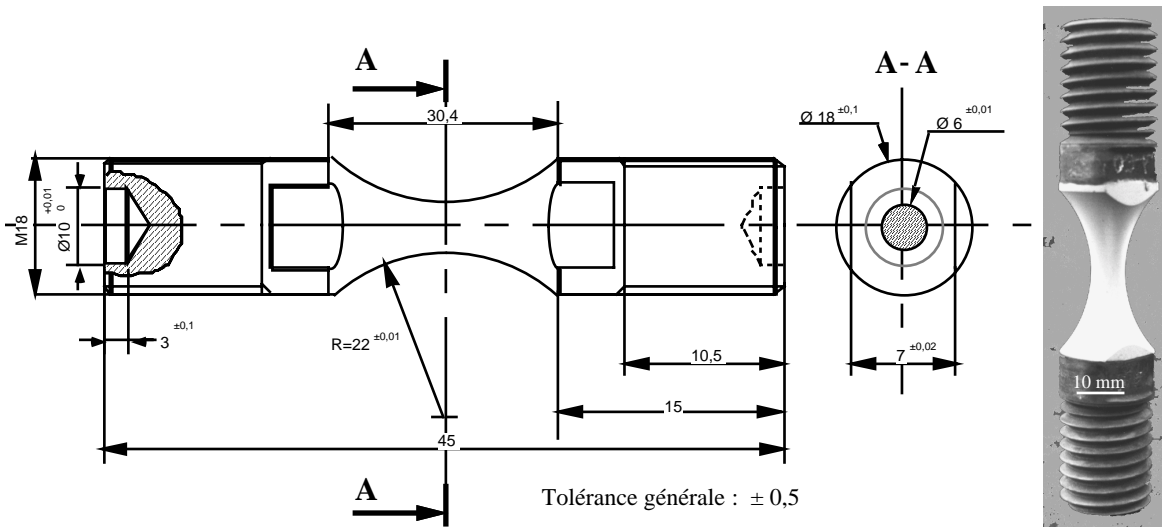


Figure III.9: dessin de définition de l'éprouvette AG2C et photographie après dépôt de la barrière thermique.

### III.3.2.2. Description de l'essai

#### III.3.2.2.1. Phase de vieillissement

Les éprouvettes subissent des traitements de préoxydation sous air à 1100°C. Le temps d'oxydation  $t_{\text{préox}}$  comprend la phase de chauffage mais pas la phase de refroidissement. Le refroidissement est réalisé dans le four coupé. Le trajet thermique au refroidissement dépend donc de l'inertie thermique du four.

Evans, Strawbridge, Carolan et Ponton (1997) montrent que la vitesse de refroidissement a une forte influence sur la tenue de la barrière thermique du fait de la viscoplasticité de la sous-couche. Cela résulte de l'aptitude de cette dernière à accommoder les contraintes d'origine thermique par viscoplasticité. Ainsi, un refroidissement rapide induit les plus fortes contraintes résiduelles. Dans le cas idéal, un refroidissement quasi-statique permet de maintenir l'éprouvette dans un état d'élément de volume thermique et minimise les contraintes résiduelles.

La vitesse de refroidissement n'étant pas programmable dans le four de traitement thermique utilisé, toutes les préoxydations ont été réalisées dans le même four afin de préserver l'uniformité des conditions de refroidissement. La température de la surface de l'éprouvette a été enregistrée au cours d'un essai à l'aide d'un thermocouple soudé sur une tête d'amarrage. La figure III.10 donne l'enregistrement de la température en fonction du temps. Cette variation peut être corrélée de la meilleure façon avec une fonction polynomiale de degré 4 donnée par l'expression III.16.

$$T(t) = 8.10^{-14}t^4 - 3.10^{-9}t^3 + 4.10^{-5}t^2 - 0,24t + 1109 \quad \text{III.16}$$

où  $T$  est la température en degrés Celsius;

$t$  est le temps en secondes.

La figure III.9 présente la vitesse de refroidissement en fonction de la température entre 1100°C et 600°C, plage dans laquelle certaines couches peuvent être viscoplastiques. En-dessous de 600°C, toutes les couches sont élastoplastiques ou élastiques et la vitesse de refroidissement n'a plus



d'influence. On peut interpoler la variation de manière satisfaisante par une fonction affine donnée par l'expression III.17. La température étant mesurée sur la tête de l'éprouvette, cette relation n'est qu'une approximation et ne donne aucune information sur la vitesse de refroidissement de la surface du métal situé sous la céramique et du gradient de température à travers la protection.

$$\frac{dT}{dt} = -3.10^{-4}T + 0,1354 \quad \text{III.17}$$

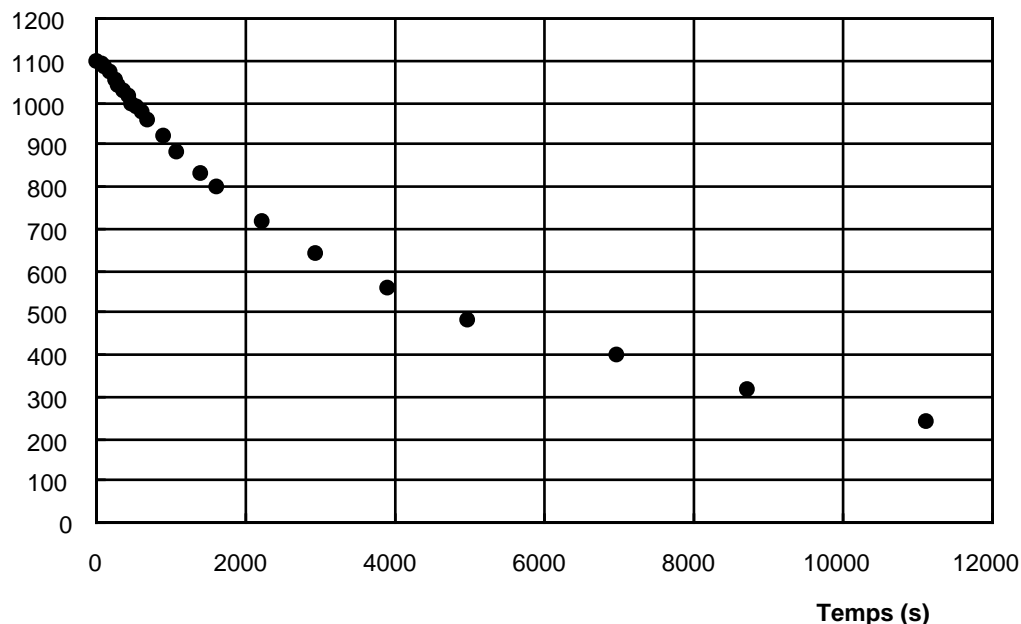


Figure III.10: température de surface de l'éprouvette AG2C lors du refroidissement après la préoxydation

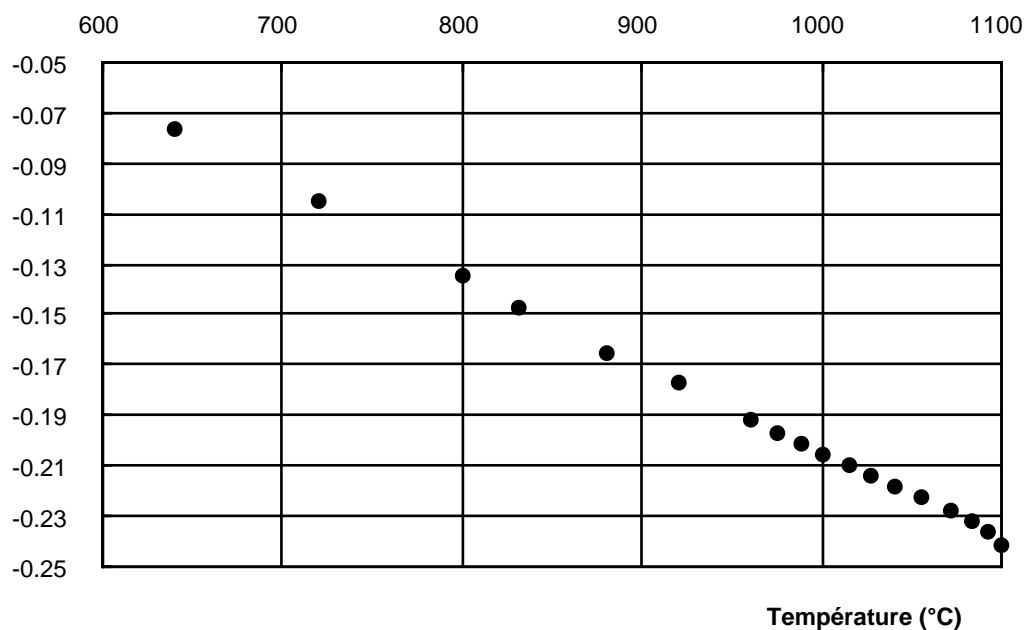


Figure III.11: vitesse de refroidissement mesurée à la surface d'une éprouvette AG2C.

### III.3.2.2.2. Sollicitation mécanique

Si l'état de l'éprouvette est toujours intègre après le vieillissement, une traction monotone à température ambiante est conduite sur l'éprouvette. Certaines éprouvettes se sont écaillées dans le four de traitement thermique et leur cas sera traité en particulier.

La déformation de l'éprouvette est mesurée par le dispositif extensométrique qui a déjà été décrit au paragraphe II.2.2.1. Toutefois, la déformation que l'on mesure ici est l'intégration des déformations infinitésimales de chaque section d'éprouvette située entre les branches de l'extensomètre. La vitesse de déformation de l'essai est régulée sur cette mesure et donc en toute rigueur, la vitesse de déformation d'une section donnée n'est pas constante. Cet aspect sera négligé.

Lorsque l'on désignera par la suite un essai par la valeur maximale de la déformation atteinte, il s'agira de la valeur, donnée par le capteur, intégrée sur le profil circulaire et non la valeur réelle de la déformation subie par la section centrale. Les valeurs des déformations qui seront données dans la suite sont les déformations mesurées par le capteur avec une base de mesure de 10mm.

En repérant l'éprouvette par un repère de coordonnées cylindriques dont les vecteurs de base  $(\vec{u}_r, \vec{u}_\theta, \vec{u}_z)$  définissent respectivement les directions radiale, orthoradiale et longitudinale, la déformation mécanique mesurée par le capteur est donnée par la relation III.18:

$$\epsilon_{\text{mesurée}} = \int_0^{l_0/2} d\epsilon \quad \text{III.18}$$

$$\text{avec } F = \sigma S = E \epsilon S \text{ ce qui revient à } d\epsilon = \frac{F}{ES^2} dS$$

où  $F$  est la force appliquée à l'éprouvette;

$E$  est le module d'Young du substrat;

$S$  est la section transverse de l'éprouvette à la cote  $z$ .

$l_0$  est la base de mesure du capteur de déformation.

Si la sollicitation entraîne le substrat dans son domaine de plasticité, sa loi de comportement doit être utilisée pour calculer les déformations.

Les valeurs réelles des déformations subies par les sections seront déduites de la force maximale appliquée durant l'essai et de la loi de comportement de l'AM1 dans la direction [001].

## III.3.3. Résultats expérimentaux

### III.3.3.1. Durées de vieillissement

Le tableau III.1 résume les conditions de vieillissement à 1100°C appliquées et l'état apparent des éprouvettes après ce traitement.

Chronologiquement, les premiers vieillissements ont été appliqués aux éprouvettes X5309F pendant 240h et X5306C pendant 172h. En raison de l'écaillage observé avant même qu'il n'ait été

possible d'appliquer une sollicitation mécanique et du petit nombre d'éprouvettes disponibles, les temps de vieillissement suivants ne dépassent pas 15 heures.

Référence de l'éprouvette	Temps de préoxydation à 1100°C (h)	Etat de l'éprouvette
X5310C	4	Pas d'endommagement visible
X5310A	8	Pas d'endommagement visible
X5310B	15	Pas d'endommagement visible
X5309C	172	Ecaillage total de l'éprouvette quelques minutes après son retour à température ambiante
X5309F	240	Ecaillage de l'éprouvette dans le four à 1100°C

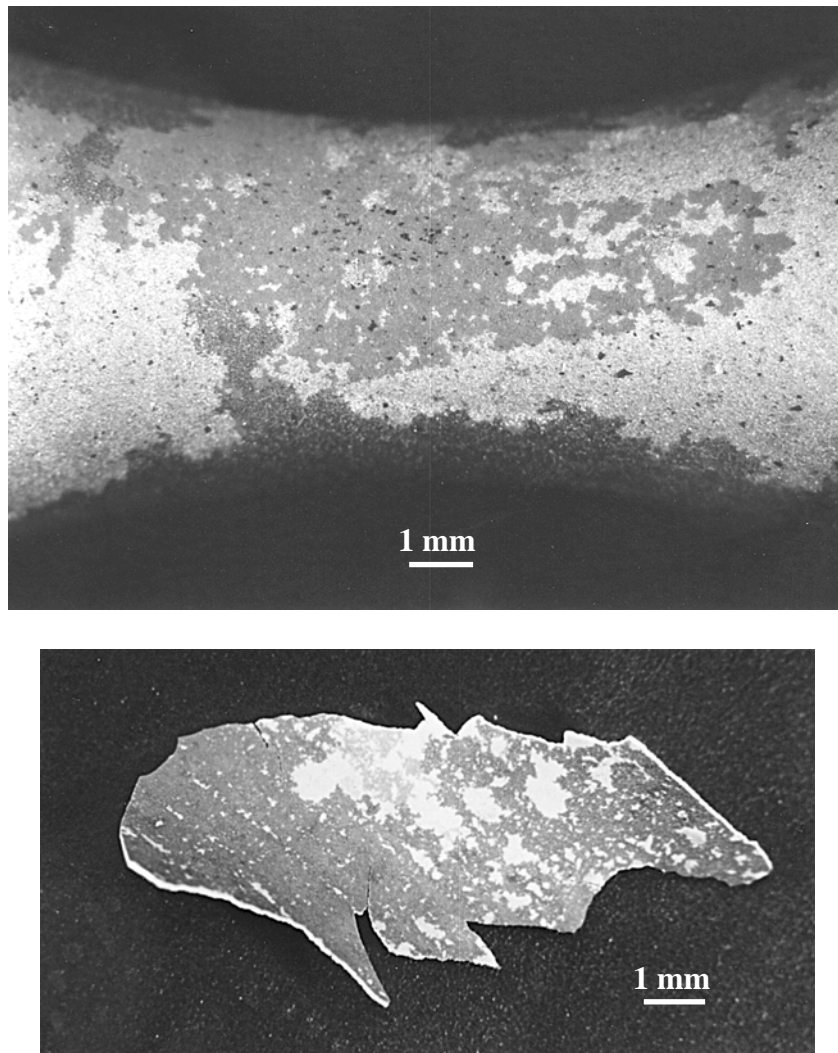
**Tableau III.1:** traitements de préoxydation des éprouvettes AG2C.

### III.3.3.2. Examen microstructural des éprouvettes écaillées par vieillissement

#### *III.3.3.2.1. Examen visuel*

La surface de l'éprouvette vieillie pendant 172h dont l'écaillage s'est produit à température ambiante est uniforme et brillante. Un aspect semblable a été observé dans le cas de l'éprouvette vieillie pendant 240h et qui s'est écaillée dans le four. Les zones brillantes résultent d'un écaillage final à température ambiante.

La figure III.12 montre l'aspect général de l'éprouvette préoxydée pendant 240h. Trois zones peuvent être distinguées: une zone claire et brillante identique à celle qui a été observée sur X5309C, une zone grise au centre de l'éprouvette; une zone gris sombre. Ces trois zones se retrouvent également sur les éclats mais en proportions différentes.



**Figure III.12:** aspect général de l'éprouvette vieillie à 1100°C pendant 240h (en haut) et d'un éclat (en bas) dont la face visible faisait face à l'éprouvette.

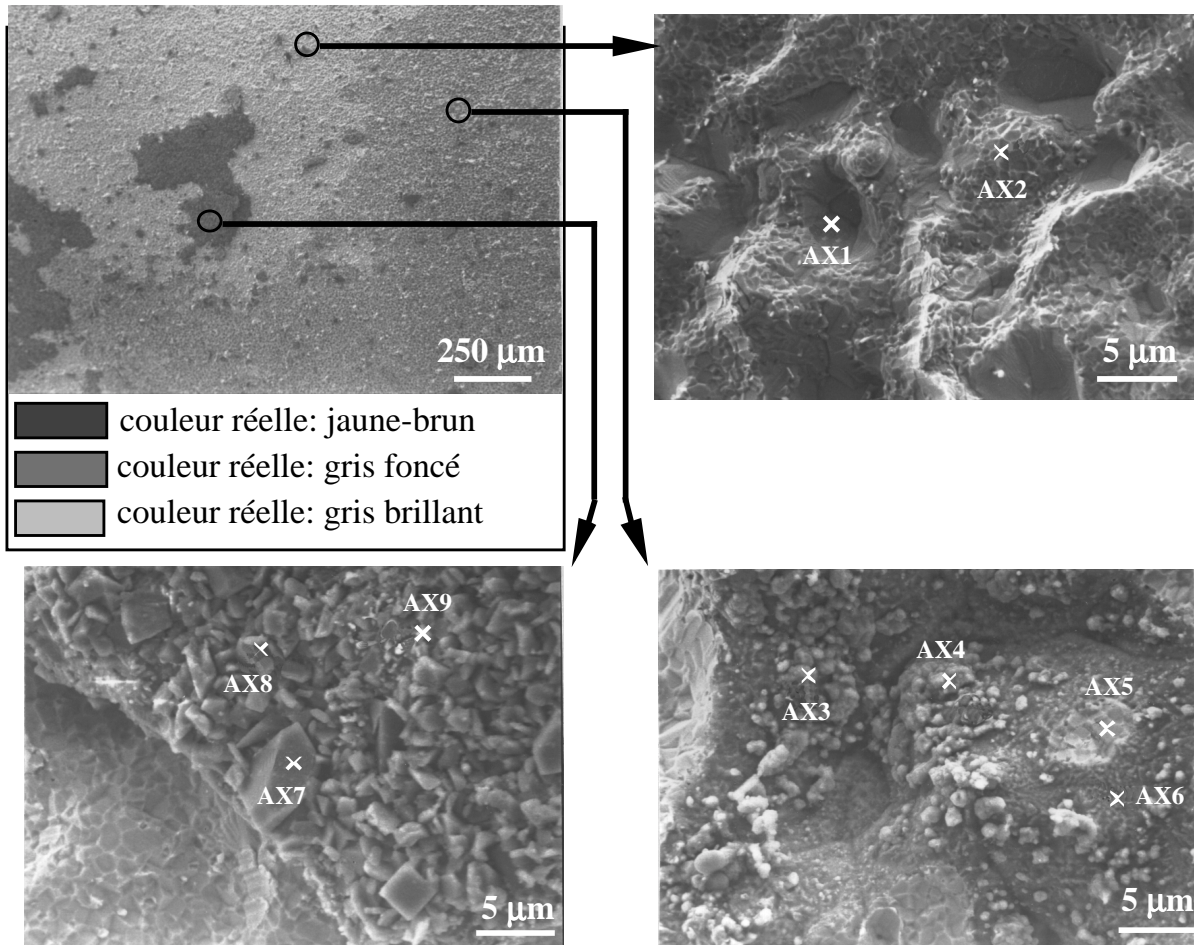
#### *III.3.3.2.2. Examen microscopique et analyse chimique semi-quantitative*

Les trois zones observées à la surface de l'éprouvette vieillie pendant 240h sont reprises par la figure III.11 sur la photographie de gauche et du haut. Les contrastes visualisés résultent de l'observation en microscopie électronique à balayage et la correspondance avec les couleurs réelles est indiquée au bas de la photographie. Les zones seront décrites dans la suite par leur couleur en microscopie à balayage afin de faciliter la comparaison entre les commentaires et les photographies présentées.

La zone gris-clair brillante est représentée sur la photographie de droite en haut de la figure III.13. La surface est bosselée avec une périodicité de 15 microns environ. Les parties concaves présentent de très petites facettes polygonales dont la plus grande dimension ne dépasse pas 1 micron. Les zones convexes présentent des facettes polygonales de plus grande taille, de l'ordre de 5µm. L'analyse EDS de cette surface révèle la présence exclusive de nickel et d'aluminium. La surface de l'éprouvette vieillie pendant 172h est uniformément composée par cette zone gris-clair brillante qui est la surface de la sous-couche.

La photographie de gauche, au bas de la figure III.13, montre la limite entre la zone gris-clair et la zone gris-foncé. Les analyses EDS AX7, AX8 et AX9 de la zone sombre n'ont montré que la présence d'alumine. La proportion de zones sombres est minoritaire.

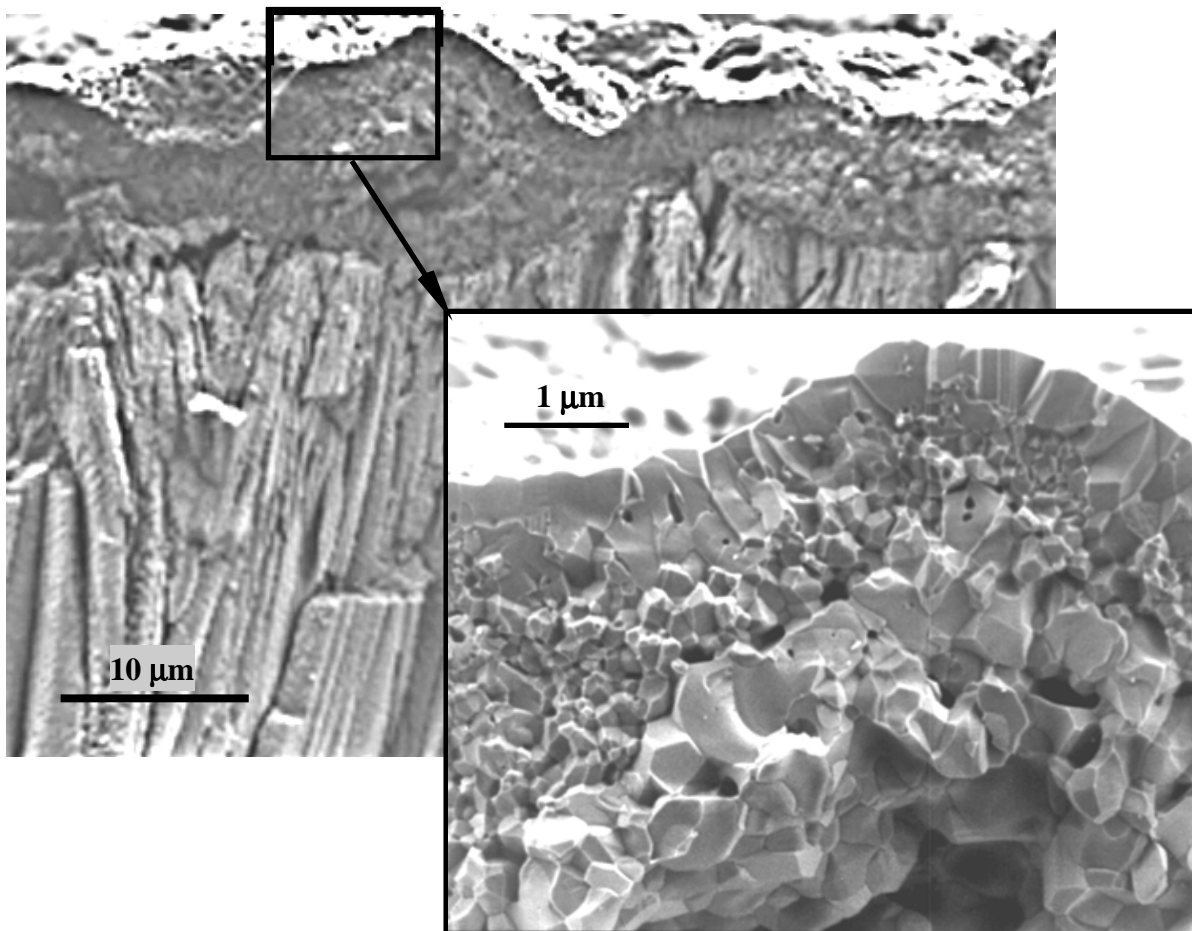
La photographie de droite, au bas de la figure III.13 montre la zone gris-moyen qui recouvre la plus grande partie du milieu de l'éprouvette, la zone gris-clair étant principalement localisée vers les têtes de l'éprouvette. Les analyses EDS AX3, AX4 et AX6 sont caractéristiques de l'alumine. L'analyse AX5 indique la présence de nickel, d'aluminium et d'oxygène. Cette zone semble constituée par de l'alumine de faible épaisseur recouvrant la sous-couche de manière hétérogène. L'alumine observée ici a la même morphologie que l'alumine des zones sombres en couche épaisse.



**Figure III.13:** microstructure des trois zones observées à la surface de l'éprouvette écaillée par vieillissement de 240h à 1100°C. Les positions des analyses EDS sont indiquées par les croix.

La morphologie de l'alumine observée sur la surface de l'éprouvette n'est pas identique à celle observée sur les éclats. Sur les éprouvettes, la couche d'alumine forme une surface plane constituée par des petits grains. La figure III.14 montre la morphologie de l'alumine qui s'est écaillée en restant adhérente à la céramique. La surface de l'alumine qui se trouvait face à la sous-couche est très ondulée. Comme le montre la photographie au bas et à droite de la figure III.14, de nombreux dômes concaves présentent une cavité interne. La granulométrie de l'alumine est très dispersée. Des grains dont la taille est de l'ordre du micron se développent au contact de la zircone, de la sous-couche et autour des cavités incluses dans les dômes. Les grains situés dans des zones médianes de la couche sont beaucoup plus petits. Outre les grandes cavités incluses dans les dômes, la couche est très poreuse, quelle que soit la taille des grains.





Figure

III.14: morphologie de l'alumine écaillée avec la céramique après 240h de vieillissement.

La figure III.15 montre les dômes d'alumine du côté de la sous-couche. Les parties convexes sont constituées par des facettes de l'ordre du micron qui correspondent aux grains observés sur la figure III.14. Les parties concaves laissent apparaître de nombreuses porosités.

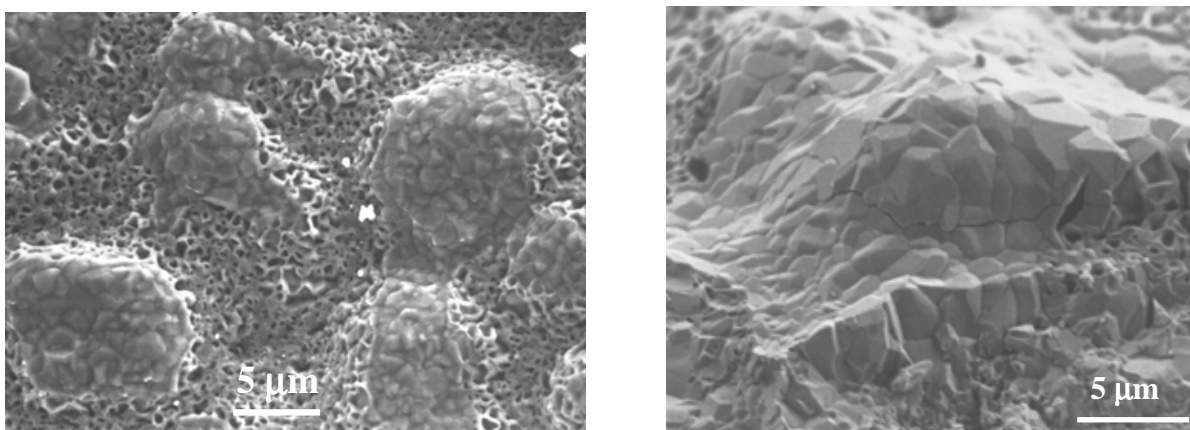


Figure III.15: dômes d'alumine à la surface interne de l'éclat de la figure III.12.

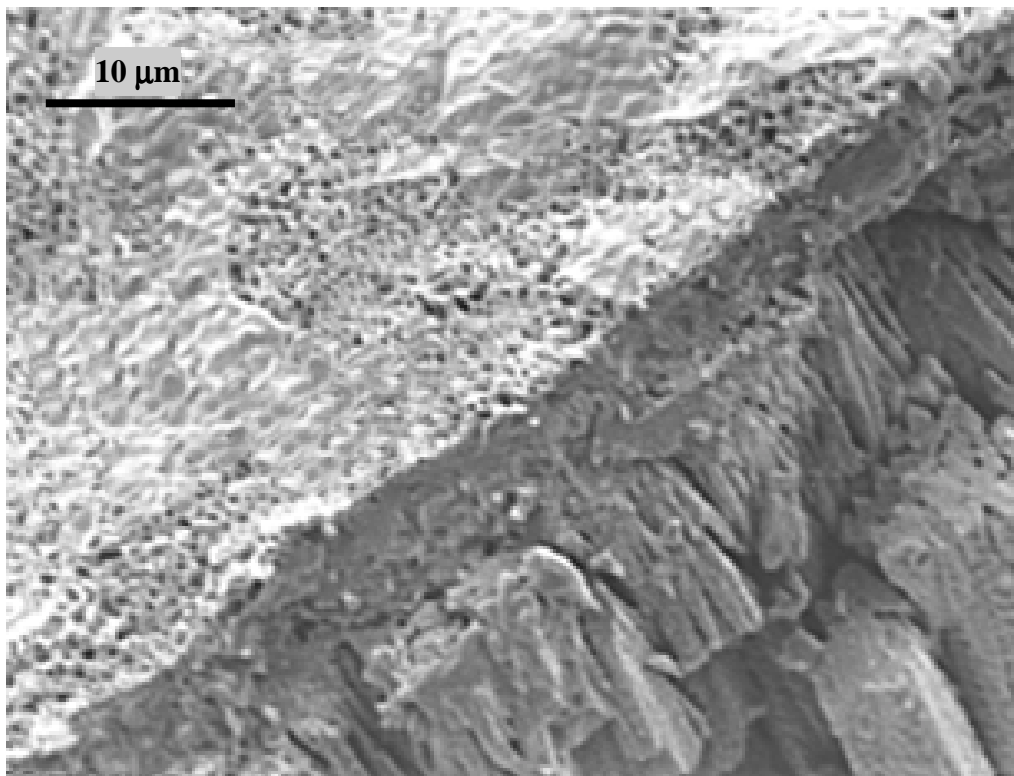
La couche d'alumine formée après un vieillissement de 172h est présentée en figure III.16. L'épaisseur de la couche semble moins dispersée et les dômes moins nombreux. Une fraction importante de la surface présente de petites facettes de l'ordre du micron. Le reste de la surface est très poreux.

L'évolution de la morphologie de la couche d'alumine qui a lieu entre 172h et 240h contribue à augmenter la dispersion de son épaisseur et à former de très grosses cavités incluses localisées dans les dômes. La formation des dômes augmente l'ondulation de la surface du côté de la sous-couche ce qui diminue la surface de contact.

La topologie de la surface de l'alumine du côté de la sous-couche est à mettre en rapport avec celle observée à la surface de l'éprouvette écaillée.

La surface de l'éprouvette vieillie pendant 172h est entièrement constituée par la sous-couche non oxydée. Cette éprouvette s'étant écaillée quelques minutes après son retour à température ambiante, le délaminage a donc eu lieu à l'interface alumine/sous-couche, la sous-couche ne s'est pas réoxydée et apparaît à nu. Toute la couche d'alumine est restée solidaire de la zircone. Ce mode d'endommagement est identique dans la zone gris-clair brillante de l'éprouvette. Les parties convexes présentant des grandes facettes sont les plans cristallographiques des grains de NiAl. Les petites facettes d'une taille de l'ordre du micron sur les zones concaves sont les empreintes des grains d'alumine dont la taille leur correspond bien.

La surface de l'éprouvette vieillie pendant 240h présente en outre de l'alumine à grains fins qui n'a aucun rapport avec l'alumine restée solidaire à la zircone. L'alumine observée à la surface de l'éprouvette a été formée après l'écaillage à 1100°C dans le four. La zone gris-clair brillante de l'éprouvette vieillie pendant 240h résulte d'un écaillage au refroidissement qui ne permet pas de réoxyder la sous-couche.



**Figure III.16:** morphologie de l'alumine écaillée avec la céramique après 172h de vieillissement.

#### III.3.3.3. Résultat des sollicitations mécaniques.

Le tableau III.2 résume les paramètres d'essai. Deux essais ont été réalisés à 25°C et à 650°C sur des éprouvettes brutes d'élaboration. Les niveaux de déformation appliqués dans ces deux cas

atteignent 1,5% (valeur du capteur). Dans le cas des éprouvettes vieilles, le premier essai avait été conduit sur X5310A et la consigne en déformation était également fixée à 1,5%. Cependant, un écaillage visible à l'oeil nu s'est produit bien avant, ce qui a conduit à l'arrêt de l'essai à un niveau de déformation de 0,57% (valeur du capteur). Les autres essais sur éprouvettes vieilles ont alors tous été menés jusqu'à une déformation de 0,57%.

La traction monotone est réalisée à la vitesse de déformation de 0,001 mm/s.

L'examen microstructural s'intéresse à trois aspects de l'endommagement: l'examen de l'éprouvette en surface, l'examen de la sous-couche en coupe et l'examen de l'interface alumine-sous-couche en coupe.

Référence de l'éprouvette	Temps de préoxydation à 1100°C (h)	Température d'essai (°C)	Déformation mécanique maximale du capteur (%)
X5309D	0	25	1,5
X5309E	0	650	1,5
X5310C	4	25	0,57
X5310A	8	25	0,57
X5310B	15	25	0,57

**Tableau III.2:** essais de traction monotone sur éprouvettes AG2C brutes et vieilles.

#### III.3.3.3.1. Déformations subies par les éprouvettes.

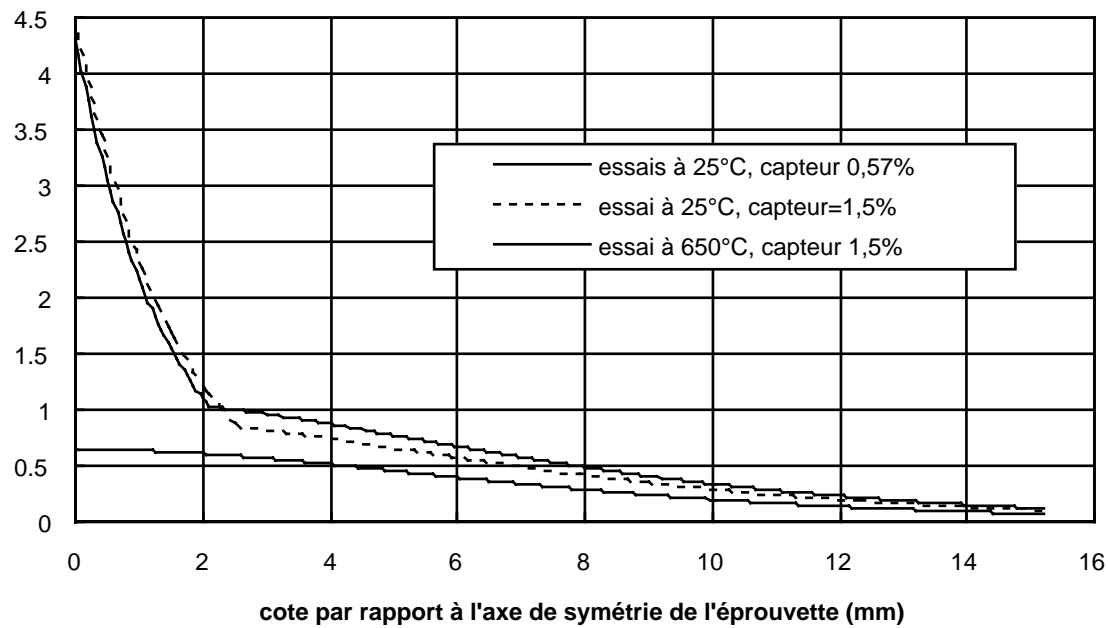
Comme nous l'avons déjà précisé, les déformations qui sont mesurées par le capteur intègrent la section évolutive de l'éprouvette. Afin d'obtenir les déformations réelles en fonction de la cote de l'éprouvette par rapport à son axe de symétrie transverse, on calcule les contraintes dans chaque section à partir de la charge maximale appliquée.

Pour les éprouvettes vieilles, la contrainte maximale est égale à 807 MPa dans la section de plus faible diamètre. La limite d'élasticité de l'AM1 à 25°C étant égale à 1060MPa selon la direction [001], les déformations sont élastiques. La figure III.17 montre les valeurs des déformations calculées en discrétisant l'éprouvette par des tranches situées à la cote  $z$  et d'épaisseur  $dz=0,05\text{mm}$ . Chaque tranche a donc subi un allongement  $\Delta l = \epsilon dz$  et la somme  $\sum \Delta l$  est égale à 0,0578mm avec  $F=22,8\text{kN}$  et  $E_{AM1}=125\text{GPa}$ . Ce résultat est proche de la valeur donnée par l'extensomètre de 0,057mm avec une base de mesure de 10mm.

Dans le cas de l'éprouvette brute, sollicitée à 25°C, la contrainte maximale dépasse la limite d'élasticité pour les sections dont la cote se situe entre 0 et 2,5mm. Pour estimer les déformations dans cette zone, on suppose que les valeurs des déformations dans le domaine plastique sont une fonction exponentielle de la cote. La déformation donnée par cette fonction en  $z=2,5\text{mm}$  est continue avec la déformation de la dernière section élastique. On recherche donc la valeur maximale de la déformation telle que la somme des allongements élémentaires soit égale à l'allongement mesuré par le capteur. En choisissant  $\epsilon_{\max}=0,645\%$ , comme le montre la figure III.14, on obtient une somme des allongement élémentaires de 0,149mm pour un allongement mesuré de 0,15mm avec  $F=33\text{kN}$ .



Enfin pour l'éprouvette brute sollicitée à 650°C, en choisissant  $\epsilon_{\max}=4,3\%$ , pour  $F=31\text{kN}$  et  $E_{\text{AMI}}=100000\text{MPa}$ , la somme des allongements élémentaires est égale à 0,149mm.

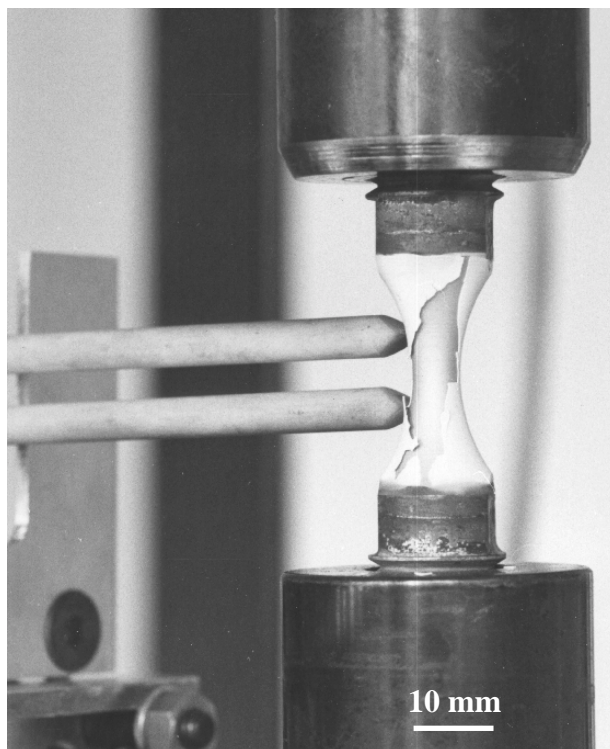


**Figure III.17:** déformations totales maximales réelles dans les sections des éprouvettes AG2C lors des essais de traction à température ambiante.

### III.3.3.3.2. Surface des éprouvettes



**Figure III.18:** écaillage après traction monotone à 0,57% de déformation, de l'éprouvette vieillie pendant 8h.



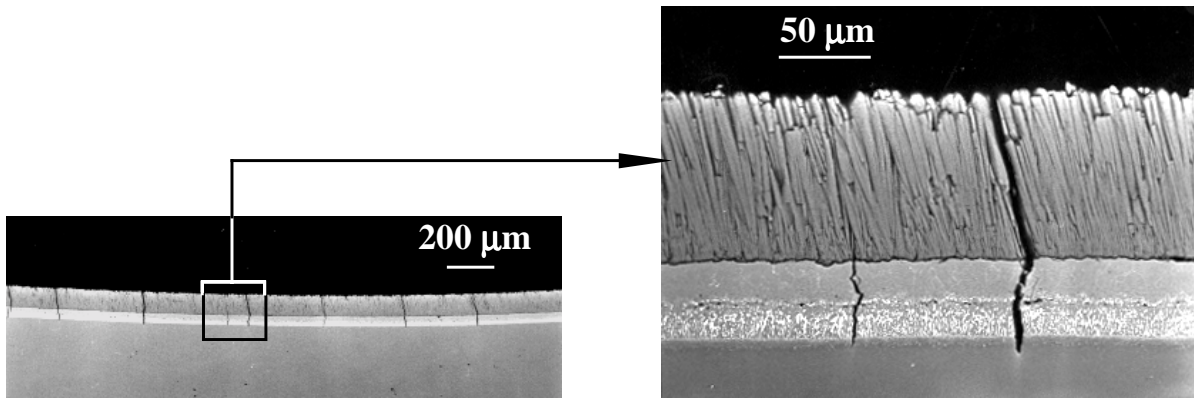
**Figure III.19:** écaillage après traction monotone à 0,57% de déformation, de l'éprouvette vieillie pendant 15h.

L'observation de la surface est qualitative. Les temps de préoxydation inférieurs ou égaux à 4h ne laissent apparaître aucune dégradation surfacique. En revanche, les figures III.18 et III.19 montrent respectivement la surface après traction monotone des éprouvettes vieilles 8h et 15h. La figure III.18 présente également le dispositif expérimental.

#### III.3.3.3.3. Fissuration transverse de la sous-couche

Dans le cas des deux éprouvettes présentées en figure III.18 et III.19, les coupes longitudinales de toutes les éprouvettes sont réalisées selon la génératrice qui semble la plus endommagée en surface. Si aucun endommagement n'est visible, le plan de coupe est choisi au hasard.

La figure III.20 montre l'allure des fissures transverses qui se sont développées dans la sous-couche par la traction monotone. Ce sont des fissures fragiles identiques à celles développées par les essais présentés au chapitre II sur des éprouvettes dépourvues de céramique. Les fissures de la sous-couche se prolongent dans la zircone dont les colonnes se trouvent écartées. La section transverse de l'éprouvette AG2C étant variable, les fissures apparaissent sur une certaine largeur de l'éprouvette, de part et d'autre de l'axe de symétrie transversal.



**Figure III.20:** fissuration transverse de la sous-couche et de la zircone après la traction monotone à 25°C sur éprouvette brute d'élaboration.

Pour chaque éprouvette, la dimension de la plus grande section fissurée a été reportée sur le graphique de la figure III.21. L'expression du rayon transverse de l'éprouvette en fonction de la cote  $z$  est établie à partir des données du dessin de définition de l'éprouvette (figure III.9).

Le rayon du cercle qui engendre l'éprouvette est  $R=22\text{mm}$ . Le rayon de l'éprouvette en  $z=15,2\text{ mm}$  est  $r=9\text{mm}$ . Il en résulte un rayon transverse au milieu de l'éprouvette de  $r_0=3\text{mm}$ .

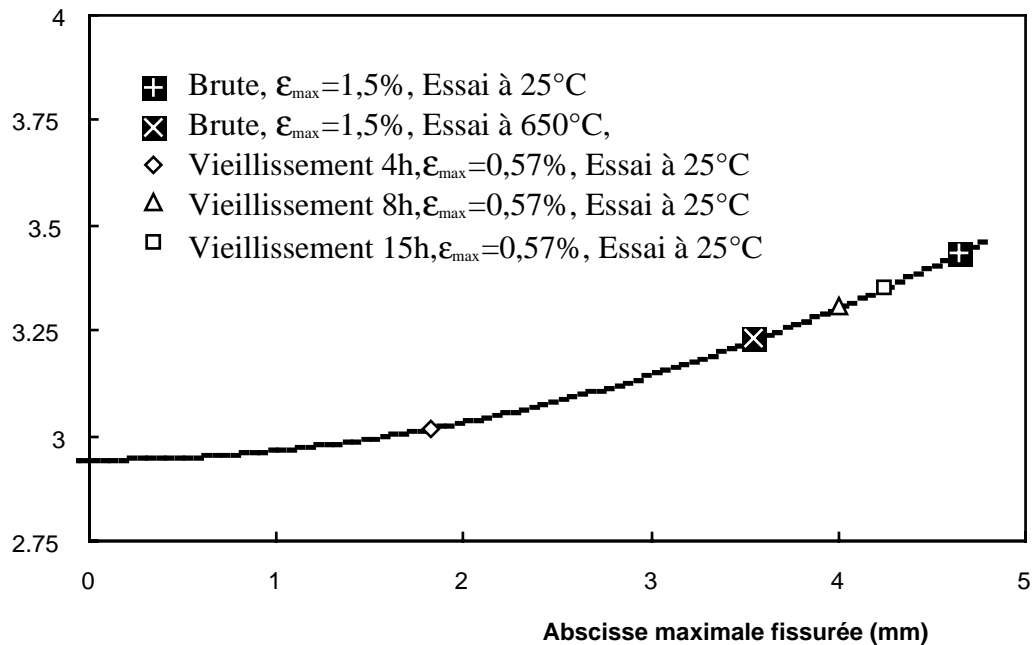
L'équation du cercle qui engendre l'éprouvette est donc:

$$z^2 + (r - R + r_0)^2 = R^2 \quad \text{III.19}$$

c'est à dire:

$$r = R + r_0 + \sqrt{R^2 - z^2} \quad \text{III.20}$$

Le tableau III.3 reprend les cotes maximales correspondant aux plus grandes sections fissurées transversalement. En s'appuyant sur les courbes de la figure III.17, on en déduit la déformation minimale qui a conduit à la fissuration transverse de la sous-couche.



**Figure III.21:** fissuration transverse de la sous-couche des éprouvettes AG2C sollicitées en traction monotone. Lieu de la fissure observée sur le plus grand diamètre.

Essai	Cote maximale fissurée (mm)	$\epsilon_{\text{sous-couche}} (\%)$
brute, traction 25°C	4,52	0,68
brute, traction 650°C	3,35	0,9
vieillie 4h	1,825	0,61
vieillie 8h	3,675	0,53
vieillie 15h	4,025	0,51

**Tableau III.3:** déformations correspondant à la plus grande section fissurée.

Les valeurs des déformations du tableau III.3 doivent être comparées avec les déformations critiques obtenues par les essais de traction monotone sur les éprouvettes multisections revêtues de la sous-couche uniquement (paragraphe II.2).

Il avait été établi que la déformation critique de la sous-couche est comprise entre 0,54% et 0,56% à 25°C et entre 0,73% et 0,77% à 650°C mais l'essai réalisé sur les éprouvettes AG2C n'est pas comparable à tout point de vue aux essais sur les éprouvettes multisections pour les raisons suivantes:

- les éprouvettes multisections présentent des sections de diamètre constant. Le développement d'une seule fissure dans une section indique que la déformation critique a été atteinte. La multifissuration d'une section est ensuite gouvernée par des reports de charge que l'on a explicités au paragraphe II.1.4 consacré à la multifissuration transverse;
- lorsqu'une fissure se développe dans la sous-couche de l'éprouvette AG2C, elle induit un déchargement de la zone avoisinante. Ainsi, si la section correspondant à la valeur de la déformation critique se trouve dans la zone affectée par le déchargement, elle ne sera pas fissurée. La méthode qui consiste donc à chercher la fissure correspondant à la section

maximale fissurée ne donne donc qu'une borne supérieure de la déformation critique. L'écart entre cette borne supérieure et la valeur exacte dépend des conditions de report de charge lors de la fissuration (Figure III.22);

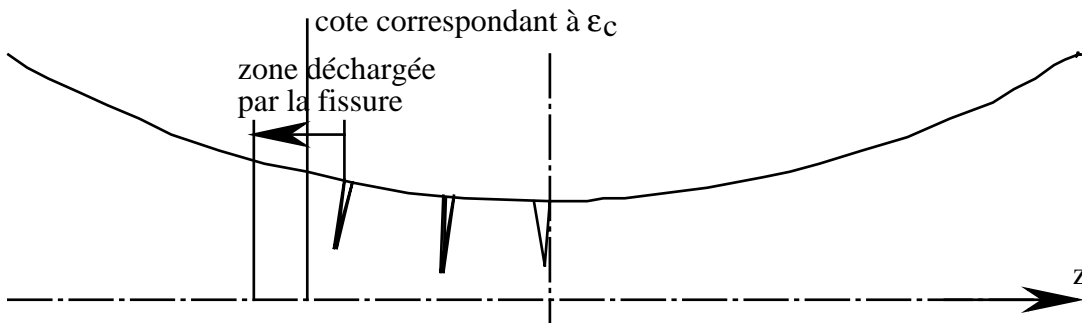


Figure III.22: déchargement au voisinage d'une fissure.

- enfin, les paramètres critiques de la sous-couche n'ont été établis qu'en terme de déformation et en supposant que l'hypothèse d'iso-déformations était vérifiée dans toutes les couches. Un raisonnement en terme de contraintes ferait intervenir les contraintes différentielles entre les couches et l'état de contrainte différentielle qui est différent pour l'éprouvette multisections revêtue de la sous-couche uniquement et pour l'éprouvette AG2C revêtue de la barrière thermique complète.

Ces remarques expliquent les écarts de résultats obtenus par les deux méthodes. Les valeurs des déformations critiques obtenues sur les éprouvettes brutes et sur l'éprouvette vieillie pendant 4h, plus grandes que celles données par les éprouvettes multisections, s'expliquent par le fait que le profil continu de l'éprouvette AG2C permet uniquement de donner une borne supérieure de la déformation critique à cause du report de charge.

Les éprouvettes AG2C vieillies 8h et 15h fournissent en revanche des valeurs de déformation trop faibles. Or les figures III.18 et III.19 indiquent que ce sont les deux seules éprouvettes qui présentent une dégradation de la surface par l'écaillage de la zircone pendant la traction monotone. Par un raisonnement en contraintes, (celles-ci seront calculées dans le chapitre V), il faut tenir compte de la très forte compression ortho-radiale et longitudinale subie par la céramique lorsque la barrière thermique est intègre à 25°C. L'écaillage s'accompagne d'une relaxation de ces contraintes dans les oxydes et par conséquent dans la sous-couche, qui s'additionne aux contraintes générées par la traction monotone. Ce report de charge assez brutal pourrait être à l'origine d'un dépassement de la contrainte critique dans des sections qui ne seraient pas affectées si le chargement était très progressif.

Une dernière hypothèse peut expliquer pourquoi les déformations des sections maximales fissurées sur les éprouvettes AG2C vieillies sont d'autant plus grandes que la durée d'oxydation est longue. Lors du développement de la sous-couche, des défauts apparaissent à l'interface alumine/sous-couche. La nature de ces défauts sera étudiée dans la suite. Il s'agit d'une ondulation de l'interface et de la formation de cavité interfaciale. Les défauts peuvent être à l'origine de concentrations de contraintes dont l'intensité et la fréquence dépendent du temps d'oxydation. Ainsi, si la valeur élevée de la

déformation de l'éprouvette brute sollicitée à 25°C est due au phénomène de déchargement évoqué plus haut, la valeur toujours élevée mais plus faible de l'éprouvette vieillie pendant 4h résulte du déchargement et de l'oxydation de la sous-couche. Pour les éprouvettes vieillies pendant 8h et 15h, les défauts interfaciaux sont très nombreux -ceci sera montré dans la suite- ce qui conduit à une diminution apparente de la déformation critique de la sous-couche.

#### III.3.3.3.4. Délaminage et écaillage

Les interfaces alumine/sous-couche de l'éprouvette brute sollicitée à 650°C jusqu'à une déformation maximale de 1,5% et de l'éprouvette vieillie pendant 4h sollicitée à 25°C jusqu'à une déformation maximale de 0,57%, ne présentent aucun délaminage. Ces résultats sont repris dans le tableau III.4.

Essai	$\epsilon_{\text{max, capteur}}$ (%)	$\epsilon_{\text{max, réelle}}(\%)$ d'après figure III.14	Etat visuel d'après figures III.15 et 16
brute	1,5	4,3	intègre
vieillie 4h	0,57	0,645	intègre
vieillie 8h	0,57	0,645	très petite surface écaillée
vieillie 15h	0,57	0,645	grande surface écaillée

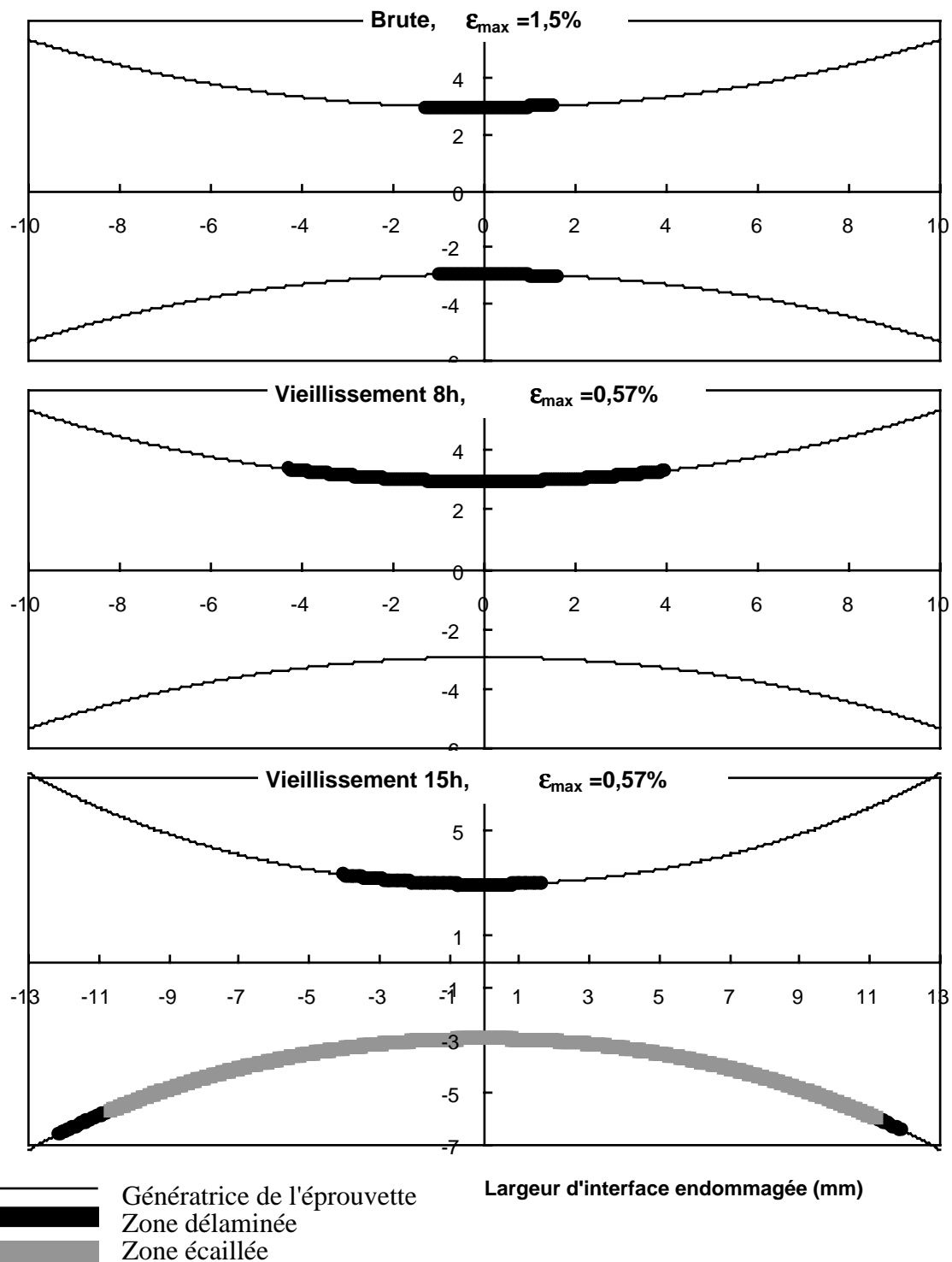
**Tableau III.4:** état visuel des éprouvettes à l'issue des sollicitations de traction monotone à température ambiante.

La figure III.23 résume les dégradations interfaciales observées après la traction monotone, sur les coupes longitudinales d'éprouvette selon deux génératrices opposées.

Les deux génératrices opposées de l'éprouvette brute sollicitée à 25°C jusqu'à une déformation de 1,5% présentent un délaminage quasiment symétrique par rapport à l'axe longitudinal et l'axe transversal, sur une largeur d'environ 3 mm.

Après un vieillissement de 8 heures à 1100°C, une traction jusqu'à un niveau de déformation mécanique de 0,57% suffit pour amorcer et propager une fissure interfaciale qui conduit au délaminage sur une largeur assez importante, de l'ordre de 8 mm. L'interface de la génératrice opposée à cette fissure n'est pas délaminée.

Après un vieillissement de 15h et une traction jusqu'au même niveau de déformation, 0,57%, une génératrice de l'éprouvette est totalement écaillée tandis que la génératrice opposée n'est que partiellement délaminée sur une largeur d'environ 6 mm.



**Figure III.23:** repérage des largeurs d'interface délaminées ou écaillées après traction monotone des éprouvettes AG2C brutes d'élaboration ou vieilles à 1100°C.

Ces observations semi-quantitatives sont difficiles à interpréter puisque seules des informations relatives à deux génératrices opposées sont disponibles. Dans le cas de l'éprouvette qui a été vieillie pendant 8 heures par exemple, l'observation d'une génératrice délaminée et de la génératrice opposée non dégradée implique une zone délaminée de forme complexe sur la développée de la surface. Le cas

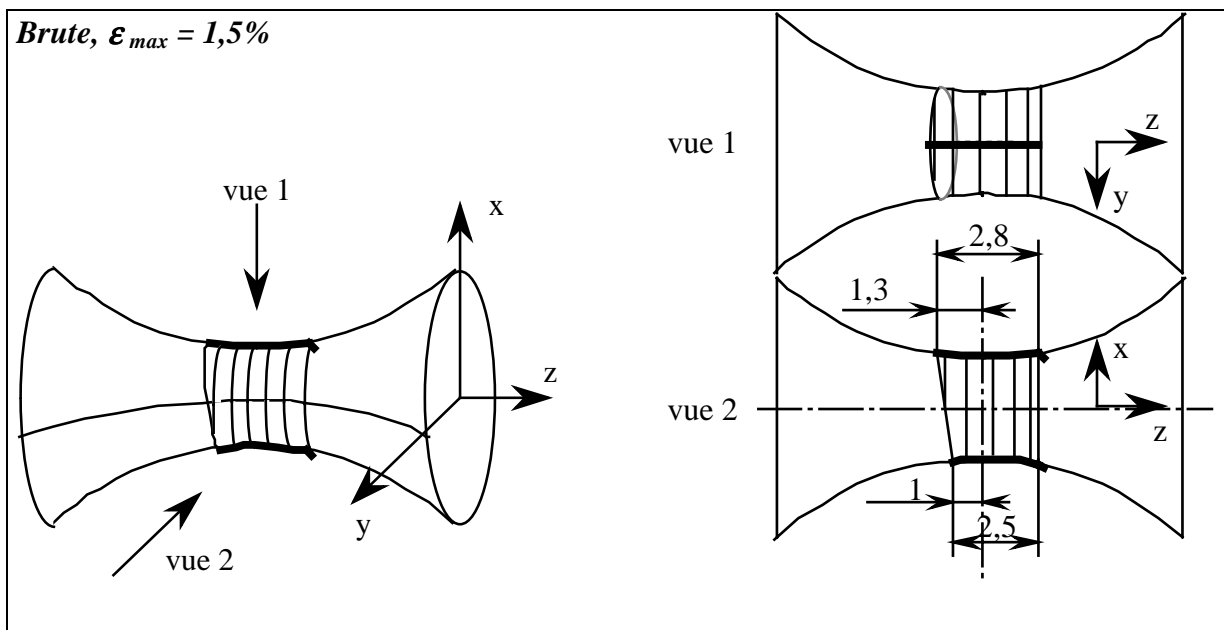
de l'éprouvette vieillie pendant 15h est encore plus complexe puisque le délaminage se mêle à l'écaillage total.

De plus, les largeurs endommagées indiquées par la figure III.23 sont relatives à la propagation catastrophique d'une fissure de délaminage probablement amorcée dans la zone centrale de l'éprouvette, à l'endroit où le diamètre est le plus faible et les contraintes les plus importantes. L'observation microstructurale à fort grossissement de l'interface sera pleine d'enseignement pour la compréhension du mécanisme d'amorçage.

Cependant, afin de pouvoir quantifier les observations en coupe de la figure III.23, on suppose que le délaminage et l'écaillage sont des phénomènes stables. De plus, les zones endommagées observées en coupe ont été extrapolées en trois dimensions pour donner un ordre de grandeur de la surface endommagée de l'éprouvette.

Les extrapolations sont faites en s'appuyant sur les observations des zones dégradées en surface et en coupe, surtout dans le cas des éprouvettes vieillies où l'on propose un mécanisme d'évolution de la zone endommagée qui permette de passer de manière continue par les états de dégradation à 8h et à 15h.

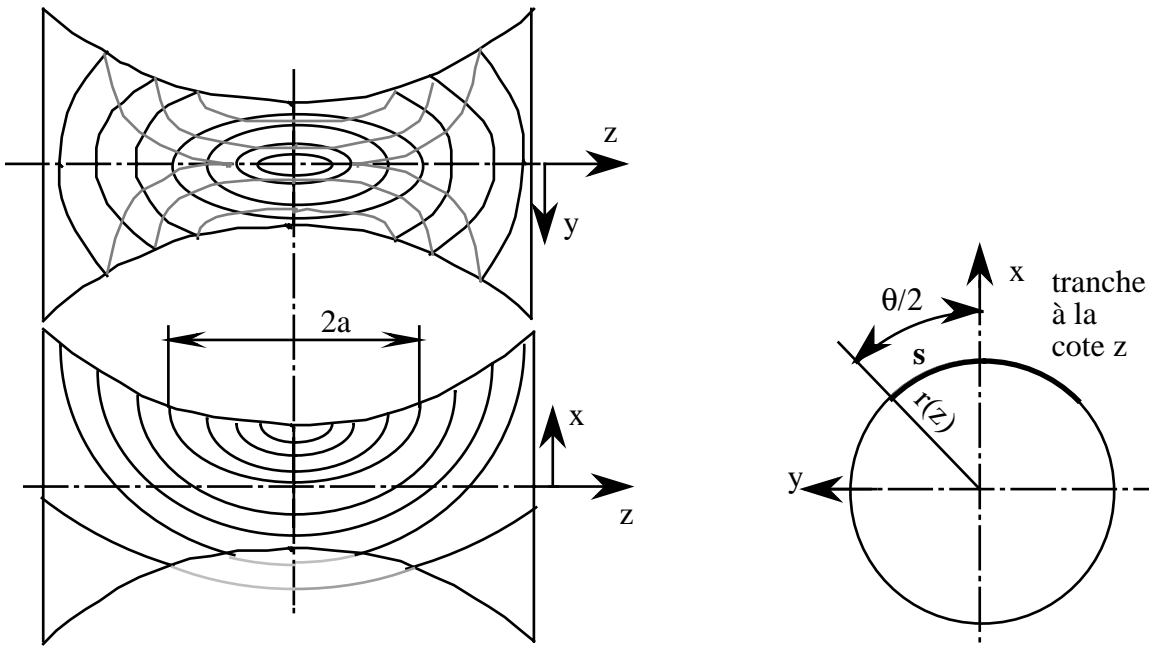
Dans le cas de l'éprouvette brute, l'extrapolation tridimensionnelle des observations en coupe est représentée sur la figure III.24.



**Figure III.24:** extrapolation tridimensionnelle de la zone endommagée observée sur l'éprouvette AG2C brute.

On suppose que les deux portions de génératrices opposées endommagées sont comprises entre l'intersection de l'éprouvette AG2C avec deux plans inclinés qui s'appuient sur les deux portions de génératrices. La figure III.24 donne également les dimensions qui seront nécessaires au calcul de la surface de la zone endommagée.

Dans le cas des éprouvettes vieillies à 1100°C, on propose un mécanisme de croissance d'une zone endommagée explicité par la figure III.25.



**Figure III.25:** extension de la zone endommagée lors d'une traction à température ambiante sur les éprouvettes AG2C vieilles.

Les schémas de gauche de la figure III.25 montrent sur l'éprouvette AG2C projetée dans les plans  $(y,z)$  et  $(x,z)$ , l'évolution de la frontière entre la zone endommagée et la zone saine de l'éprouvette AG2C. Sur la vue dans le plan  $(y,z)$ , les lignes interrompues montrent la frontière située en arrière de l'éprouvette. Les deux frontières qui apparaissent en trait plus épais sont les deux cas obtenus expérimentalement sur les éprouvette vieilles 8h et 15h. Sur le schéma de droite, nous définissons les paramètres géométriques qui engendrent les contours des schémas de gauche. On définit dans le plan  $(x,y)$ , l'abscisse curviligne  $s$  tel que:

$$s = r(z) \frac{\theta}{2} \quad \text{III.21}$$

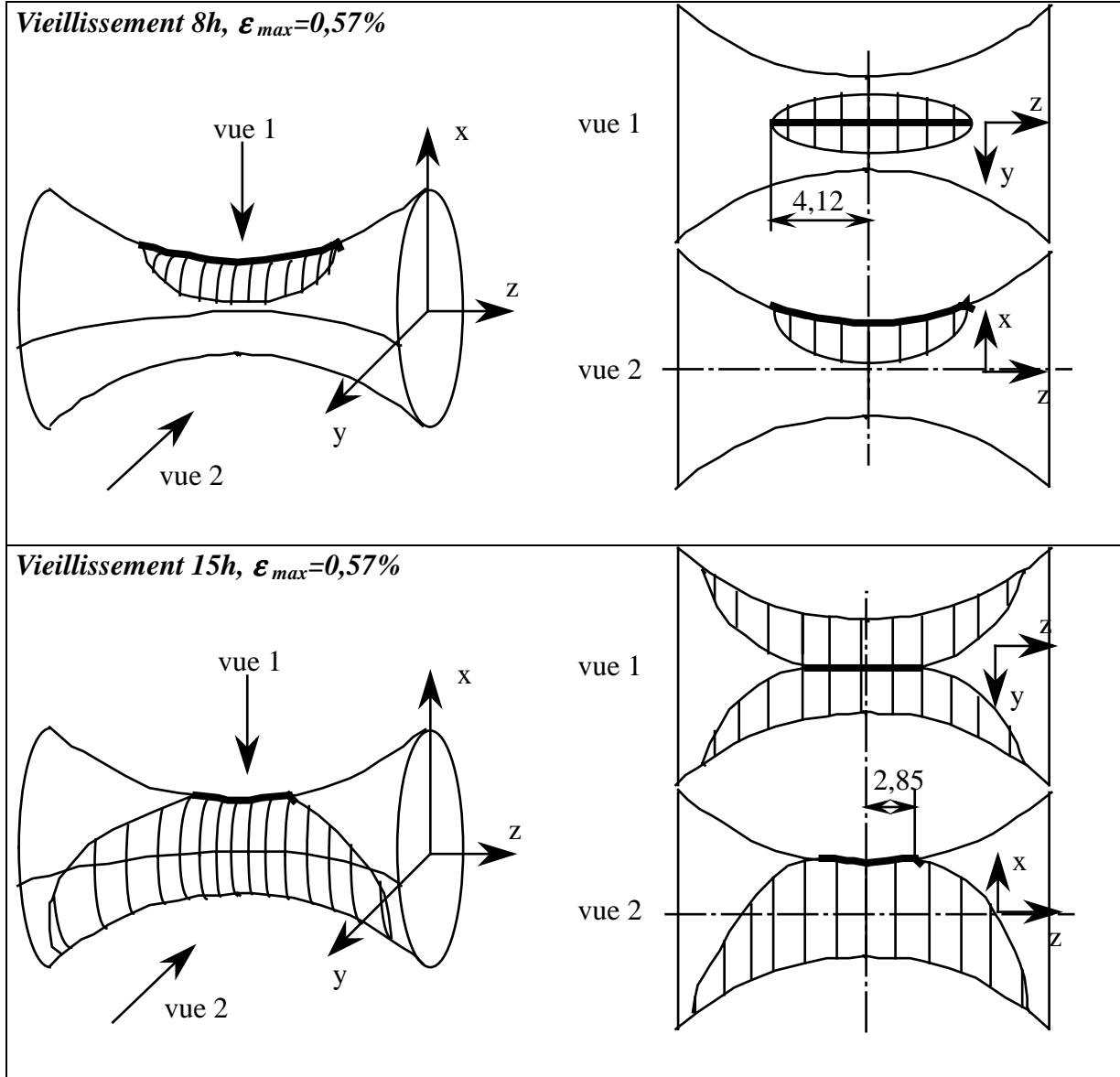
La limite de la zone endommagée est une ellipse définie par l'abscisse curviligne  $s$  et la cote  $z$ . Son équation est donnée par l'expression III.21. L'ellipse s'appuie sur les deux extrémités du segment endommagé observé en coupe. Son grand axe est égal à la projection sur l'axe  $z$  de la portion de génératrice endommagée. La longueur de son demi-petit axe est  $s=a/2$ . Dans le cas de l'éprouvette vieillie pendant 15h où l'une des génératrices observées est totalement endommagée et l'autre partiellement, la zone endommagée résulte de la croissance de l'ellipse définie par l'expression III.22.

$$\frac{z^2}{a^2} + \frac{s^2}{(a/2)^2} = 1 \quad \text{III.22}$$

où  $a$  est la demi-largeur de la portion de génératrice endommagée projeté sur l'axe  $z$ .

La figure III.26 montre les zones endommagées ainsi obtenues pour les deux éprouvettes vieilles 8h et 15h et donne les mesures nécessaires au calcul de la surface de la zone endommagée.





**Figure III.26:** extrapolation tridimensionnelle de la zone endommagée observée sur les éprouvettes AG2C vieilles.

Pour calculer les aires des surfaces endommagées représentées par des hachures, il est nécessaire d'établir l'expression d'une surface élémentaire  $dS$  définie par la figure III.27. Cette surface élémentaire est extraite de l'éprouvette AG2C entre les cotes  $z$  et  $z+dz$ . Cela donne une couronne de rayon variable  $r(z)$ . Un secteur angulaire  $d\theta$  est ensuite extrait de la couronne pour donner la surface élémentaire.

Le calcul complet de l'aire de cette surface élémentaire  $dS$  figure en annexe 5. et le résultat est donné par l'expression III.23.

$$dS = 550 \left[ d \left( \arcsin \frac{z}{22} \right) - 22dz \right] d\theta \quad \text{III.23}$$

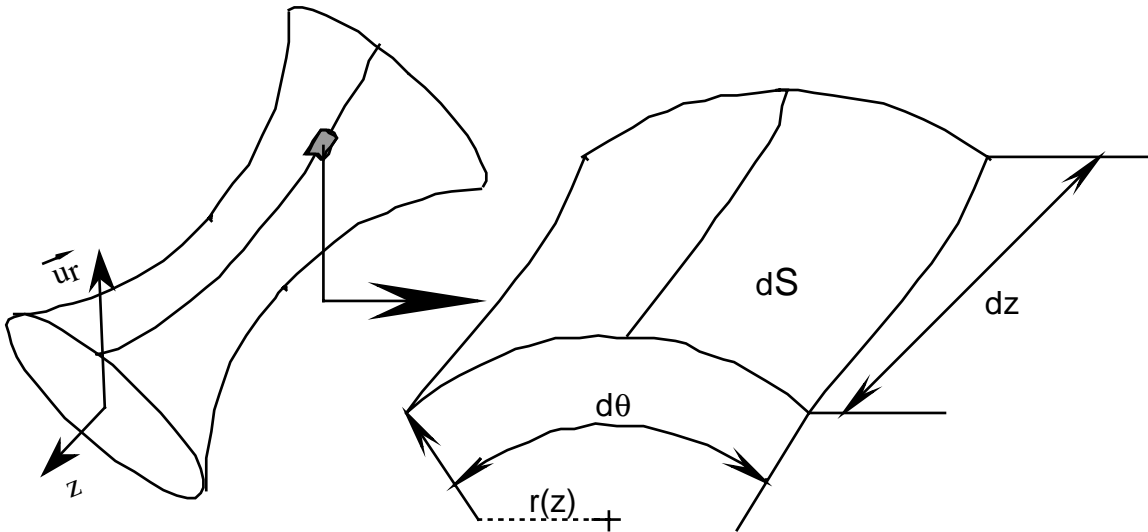


Figure III.27: définition d'une surface élémentaire de l'éprouvette AG2C.

Le terme  $d\theta$  de l'expression III.23 définit, pour une section de l'éprouvette à la cote  $z$ , la taille du secteur angulaire qui décrit la zone endommagée.

Dans le cas de l'éprouvette brute et en s'appuyant sur les mesures de la figure III.24, l'expression de  $d\theta$  est donnée par:

$$\begin{aligned} d\theta &= 0 & \text{si } z \in [-15,2 ; -1,3[ \cup ]1,5 ; 15,2] \\ d\theta &= 2\pi & \text{si } z \in [-1 ; 1,5] \\ d\theta &= 2\pi \left( 4,33 - \frac{z}{0,3} \right) & \text{si } z \in [-1,3 ; -1] \end{aligned} \quad \text{III.24}$$

Dans le cas des éprouvettes vieilles, les expressions III.21 et III.22 impliquent:

$$z^2 + 4r^2(z)\theta^2 = a^2 \quad \text{III.25}$$

$r(z)$  est le rayon transverse de l'éprouvette dans le plan  $(x,y)$  à la cote  $z$ . Il est défini par l'expression III.21. Il en résulte l'expression de  $\theta$ :

$$\theta^2 = \frac{a^2 - z^2}{r^2(z)} \quad \text{III.26}$$

Dans le cas de l'éprouvette vieillie pendant 8h, la valeur de  $a$  est directement accessible par les mesures expérimentales. On a  $a = 4,12\text{mm}$ . Dans le cas de l'éprouvette vieillie pendant 15h, on utilise le fait  $\theta = 2\pi$  sur tout le segment de génératrice partiellement endommagée, de largeur  $2a'$ .

$$a^2 = z^2(a') + (2\pi)^2 r^2(z = a') \quad \text{III.27}$$

D'après la mesure de la figure III.26 on obtient  $a = 11,6\text{mm}$ . L'endommagement de la génératrice opposée au segment de demi-largeur  $2,85\text{mm}$  affecte donc presque toute l'éprouvette, ce qui montre que les hypothèses géométriques choisies ne sont pas absurdes.

La figure III.28 montre la représentation graphique de  $dS$ , aire endommagée entre les cotes  $z$  et  $z+dz$  pour  $dz = 0,05\text{mm}$ .

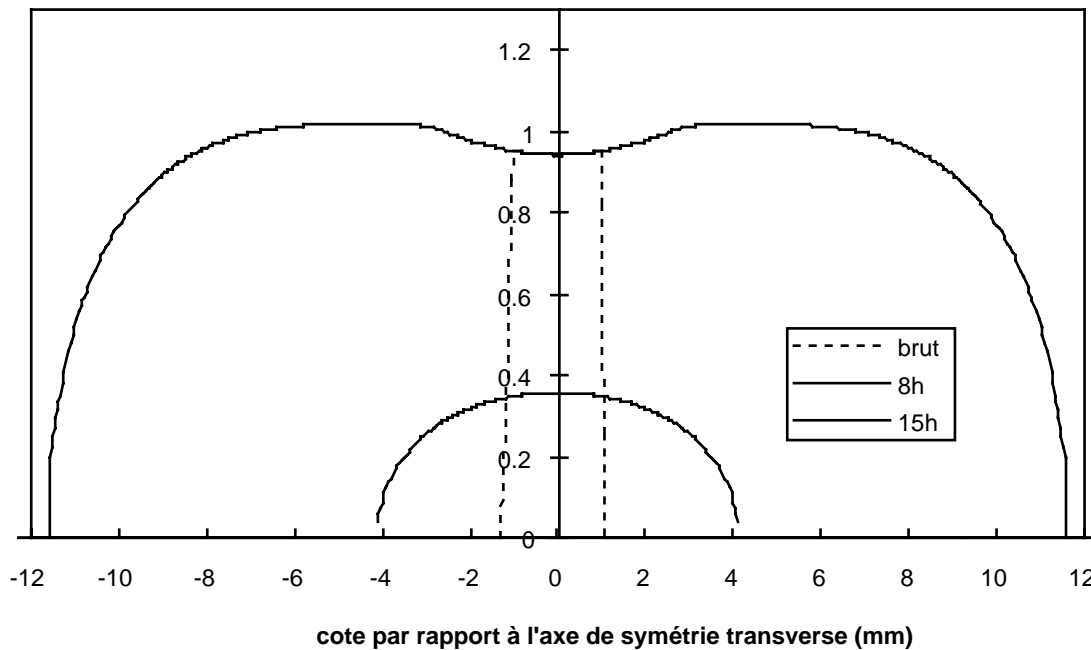


Figure II.28: surface endommagée sur les éprouvettes AG2C, par tranche d'épaisseur  $dz=0,05\text{mm}$ .

Ces mesures seront utilisées au paragraphe V.5 pour quantifier la dégradation des éprouvettes AG2C en terme de surface endommagée.

#### III.3.3.3.5. Observation microscopique de l'interface

De nombreuses cavités interfaciales apparaissent entre l'alumine et la sous-couche des éprouvettes vieilles tandis que les éprouvettes brutes d'élaboration n'en présentent quasiment aucune. Les éprouvettes vieilles présentent d'autant plus de cavités que le temps de vieillissement est long et que le diamètre de l'éprouvette est faible. Il faut également se souvenir que les échantillons plans vieillis jusqu'à 64 heures pour étudier la cinétique d'oxydation statique (chapitre I), ne présentent que très peu de cavités interfaciales.

Les figures III.29 (i),(ii) et III.30 montrent les microstructures de l'interface alumine/sous-couche dans le cas des éprouvettes qui ont subi des vieillissement respectifs de 15h et 8h.

Etant donné que les cavités interfaciales n'apparaissent que sur les éprouvettes AG2C et principalement dans les zones fortement incurvées, nous avons étudié leur répartition statistique de taille et de position en fonction du rayon de courbure de l'éprouvette et du temps de vieillissement. De plus, présumant un effet du rayon de courbure, nous avons également quantifié la distribution d'épaisseur d'alumine en fonction du rayon de courbure de l'éprouvette.

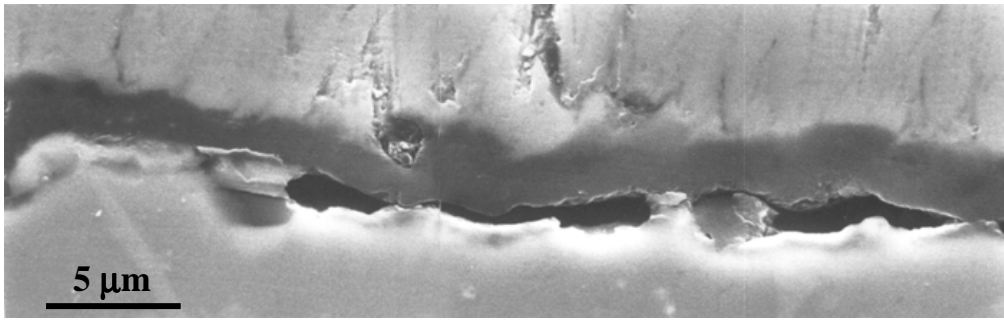


Figure III.29 (i): éprouvette vieillie pendant 15h. Interface observée selon la génératrice délaminée et au milieu de l'éprouvette.

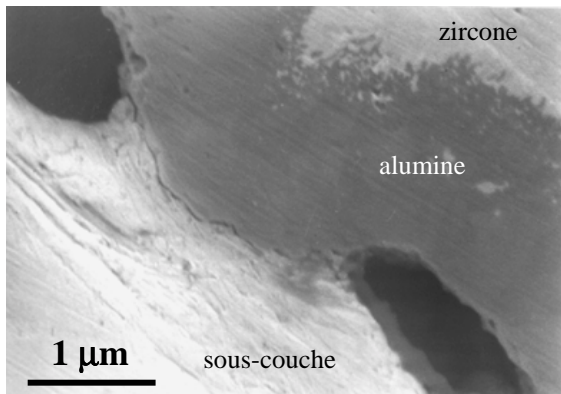


Figure III.29 (ii): éprouvette vieillie pendant 15h. Interface observée selon la génératrice délaminée et au milieu de l'éprouvette. La fissure interfaciale court de cavité en cavité.

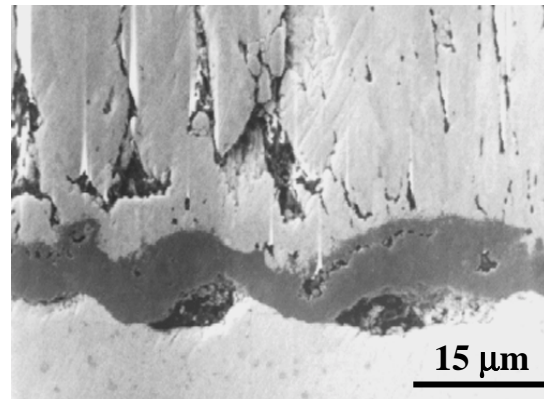


Figure III.30: éprouvette vieillie pendant 8h. Interface observée selon la génératrice délaminée et au milieu de l'éprouvette. Les cavités sont moins nombreuses et moins larges que sur les photographies de la figure III.29.

### III.3.4. Microscopie quantitative sur les éprouvettes

#### III.3.4.1. Méthode de mesure

##### *III.3.4.1.1. Terminologie*

Trois paramètres ont été étudiés: l'épaisseur d'alumine, la fraction linéique de cavités interfaciales et la largeur curviligne des cavités. Ces termes sont précisés ci-dessous.

La méthode de mesure de l'épaisseur d'alumine est identique à celle qui a été décrite au paragraphe I.3.1.3.

La fraction linéique de cavités interfaciales est le rapport entre la longueur d'interface non adhérente et la longueur d'interface totale. La longueur interfaciale est mesurée de manière curviligne le long de la surface de la sous-couche. Sur le schéma de la figure III.31 la fraction linéique  $f$  est définie par:

$$f = \sum_i \frac{l_i}{L} \quad \text{III.28}$$

La largeur curviligne d'une cavité est la largeur  $l_i$ .

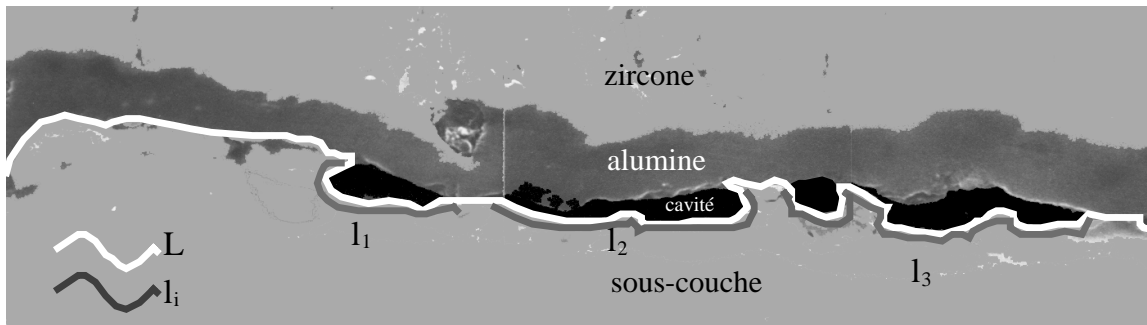


Figure III.31: définition de la largeur curviligne des cavités et de l'interface

De plus, on appellera densité de cavités, le nombre de cavités par unité de longueur d'interface.

Pour les mesures de densité et de largeur, une longueur d'interface de 200  $\mu\text{m}$  à 1mm est parcourue. Le rayon de l'éprouvette est supposé constant sur toute cette largeur.

#### III.3.4.1.2. Caractéristiques des distributions

Les histogrammes des distributions sont présentés à l'annexe 2. Seules les valeurs caractéristiques sont reportées ci-dessous. Les tableaux III.5, III.6 et III.7 présentent respectivement les mesures d'épaisseur, les mesures de densités de cavités et les mesures de largeurs curvilignes des cavités.

Les mesures sont effectuées d'une part sur les éprouvettes AG2C, dans la zone où le rayon de courbure est le plus faible ( $R=3\text{mm}$ ), c'est à dire sur le plan de symétrie transverse de l'éprouvette (zone A, figure III.32). D'autre part, afin de mettre en évidence un éventuel effet du rayon de courbure, des mesures ont été prises sur l'éprouvette AG2C préoxydée pendant 15h à 1100°C dans la zone de 10mm de rayon de courbure transverse (zone B). Enfin, toujours afin d'étudier l'influence du rayon de courbure, des résultats obtenus sur l'échantillon plan vieilli pendant 64h sont également donnés dans les tableaux ci-dessous.

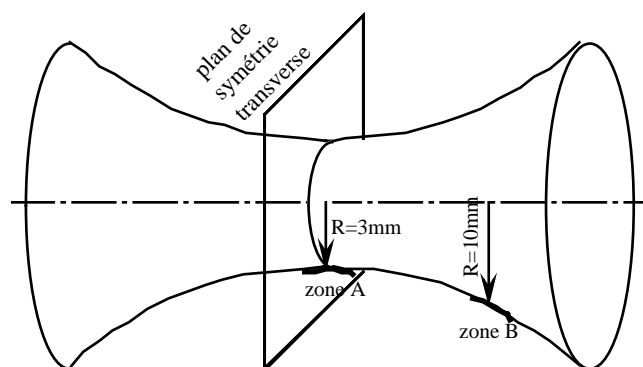


Figure III.32: localisation des deux zones explorées sur certaines éprouvettes AG2C.

Temps de pré-oxydation (h)	Rayon de la section transverse (mm)	Moyenne (μm)	Médiane (μm)	$\sqrt{\sigma^2}$ (μm)	Minimum (μm)	Maximum (μm)	statistique sur N mesures
4	3	1,52	1,44	0,38	0,76	2,67	109
8	3	2,5	2,46	0,65	1,296	4,53	112
15	3	3,0	2,94	0,69	1,32	5,09	72
15	10	2,52	2,42	0,64	1,44	4,71	125

**Tableau III.5:** valeurs caractéristiques des distributions d'épaisseur d'alumine en oxydation statique sur éprouvettes AG2C.

Temps de vieillissement (h)	Rayon de la section transverse (mm)	Longueur de mesure (μm)	Nombre de cavités	Densité de cavités (mm <sup>-1</sup> )	Fraction linéique de cavités (%)
0	3	244	17	70	9,22
4	3	199	25	126	17,6
8	3	1025	58	57	28,21
15	3	1318	69	52	47,74
15	10	1087	52	48	27,73
64	∞ (plan)	865	50	58	5,603

**Tableau III.6:** fractions linéiques et densités de cavités en oxydation statique sur éprouvettes AG2C et échantillon plan.

Temps de pré-oxydation (h)	Rayon de la section transverse (mm)	Moyenne (μm)	Médiane (μm)	$\sqrt{\sigma^2}$ (μm)	Minimum (μm)	Maximum (μm)	Longueur de mesure (μm)
0	3	1,32	0,46	1,47	0,35	2,36	244
4	3	1,41	0,68	1,65	0,09	6,93	199
8	3	5,06	3,45	4,13	1,01	17,63	1025
15	3	9,12	6,14	11,3	1,31	84,81	1318
15	10	5,79	4,76	4,93	0,71	25,48	1087
64	∞ (plan)	0,996	0,736	0,94	0,18	5,39	865

**Tableau III.7:** valeurs caractéristiques des distributions de largeurs curvilignes des cavités en oxydation statique sur éprouvettes AG2C et échantillon plan.

#### III.3.4.2. Influence du temps de vieillissement.

Ce paragraphe analyse principalement les données des trois tableaux précédents pour un rayon de courbure de la section transverse de l'éprouvette de 3mm. Il s'agit donc de la partie centrale de l'éprouvette.

L'épaisseur d'alumine croît lorsque le temps d'oxydation augmente. Il est aussi intéressant de remarquer que la fraction linéique de cavités augmente avec le temps de vieillissement et que la largeur moyenne des cavités s'accroît également, comme le montrent les tableaux III.6 et III.7.

La figure III.23 montre l'évolution de la fraction linéique de cavités dans la partie centrale des éprouvettes AG2C en fonction du temps de vieillissement. La fraction linéique semble croître linéairement dans les quinze premières heures de traitement.

Nous ne disposons pas de données relatives à des temps de traitement plus longs mais le résultat peut être extrapolé grâce aux observations réalisées sur les éprouvettes vieilles pendant 172h et 240h. La surface écaillée des éprouvettes présente une ondulation que l'on retrouve également sur le côté de l'alumine qui se trouvait en vis à vis avec la sous-couche. (Figures III.13 et III.14). La morphologie des surfaces indique également que les parties convexes sur la surface de l'éprouvette se trouvaient en regard des parties convexes de la surface interne de l'alumine (un dôme d'alumine s'appuie sur un dôme de la sous-couche), comme le montrent les dimensions des facettes observées sur les surfaces. Ainsi, au bout de 240h de vieillissement, la surface de contact était devenue très faible mais demeure non nulle.

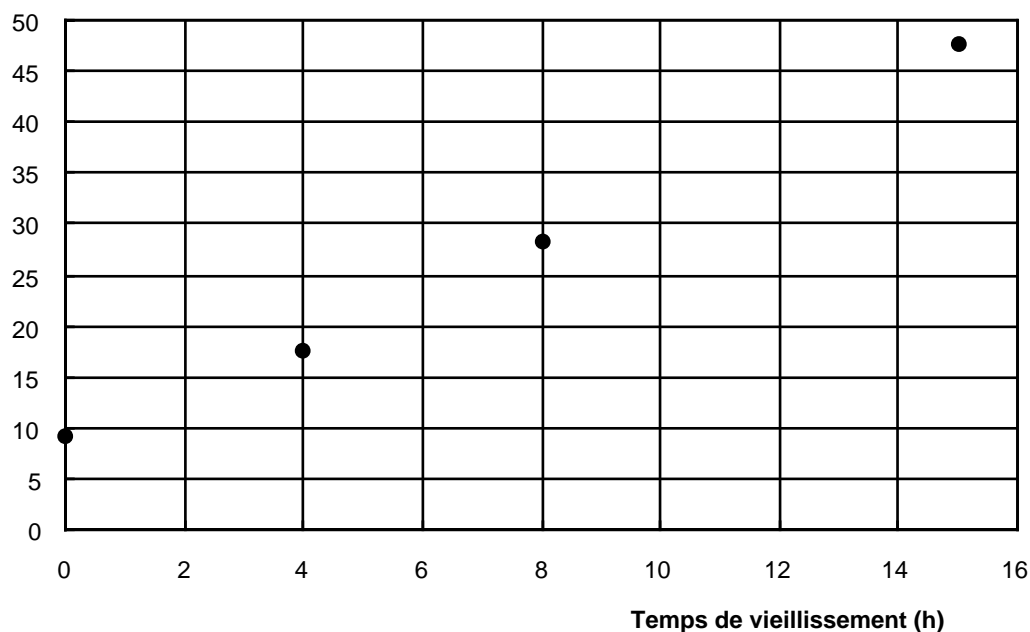


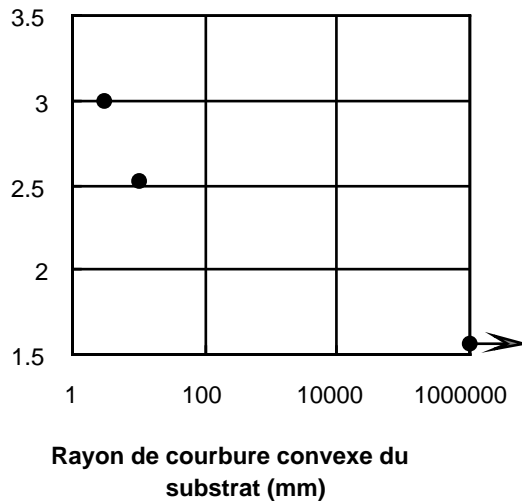
Figure III.33: influence du temps de vieillissement sur la fraction linéique de cavités mesurée au centre de l'éprouvette AG2C.

#### III.3.4.3. Influence du rayon de courbure de l'éprouvette.

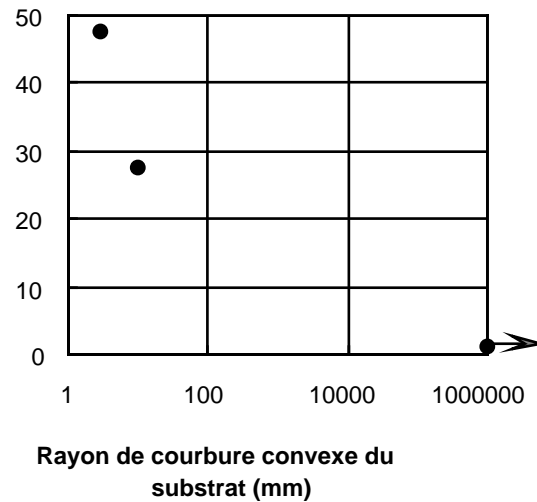
La comparaison est faite sur l'éprouvette vieillie pendant 15 heures, entre les mesures effectuées dans la zone centrale de l'éprouvette et près du bord, à 9,3mm de l'axe de symétrie transversal de l'éprouvette ce qui correspond à un rayon de courbure de 10mm.

Ces mesures seront comparées aux résultats obtenus sur les substrats plans après 15h de vieillissement, le rayon de courbure étant infini dans ce dernier cas.

La figure III.34 montre que le rayon de courbure semble avoir une grande influence sur l'épaisseur d'alumine. Sur ce graphe, seul le rayon de courbure convexe, évolutif, de l'éprouvette a été pris en compte. Le grand rayon de courbure concave de la géométrie AG2C pourrait toutefois s'avérer d'une importance non négligeable. D'une part il crée un état de contraintes triaxial complexe et d'autre part, s'il est quasiment négligeable devant le rayon de courbure convexe dans la partie centrale de l'éprouvette, l'ordre de grandeur de ces deux rayons devient comparable vers les têtes d'éprouvettes.



**Figure III.34:** évolution de l'épaisseur moyenne d'alumine en fonction du rayon de courbure convexe du substrat après un vieillissement de 15 heures.



**Figure III.35:** évolution de la fraction linéique de cavités interfaciales en fonction du rayon de courbure convexe du substrat après un vieillissement de 15 heures.

La figure III.35 présente également l'évolution de la fraction linéique de cavités en fonction du rayon de courbure convexe du substrat qui semble également être déterminant pour ce paramètre.

Ces mesures seront analysées plus avant au chapitre V où elles seront confrontées aux autres conditions d'essais.



### **III.4 - Mécanique de la rupture par indentation**

#### **III.4.1 Milieu homogène semi-infini**

##### **III.4.1.1. Champs de contraintes par indentation**

La mécanique de la rupture par indentation de matériaux fragiles a été développée par Lawn et Wilshaw (1975) mais son origine remonte à 1881, lorsque Hertz analysa le contact entre deux solides élastiques. Palmqvist (1957) lança l'idée que la taille des fissures induites par l'indentation pourrait être utilisée pour quantifier la ténacité du matériau.

Des géométries d'indenteur simples peuvent être utilisées:

1- Le contact ponctuel a été analysé par Boussinesq en 1885 et donne lieu à un champ de

$$\text{contraintes } \sigma_{ij} = \left( \frac{P}{\pi r^2} \right) [f_{ij}(\phi)] \quad \text{III.29}$$

où  $P$  est la charge appliquée;

$r$  est la distance entre le pointe de contact de l'indenteur et le point considéré;

$\Phi$  est l'angle entre l'axe de l'indenteur et le point considéré;

$\nu$  est le coefficient de Poisson du milieu indenté.

La singularité de contrainte en tension pour  $r = 0$  est une caractéristique de la solution de Boussinesq.

2- L'indentation sphérique est analysée par le contact hertzien. La contrainte maximale de tension est obtenue dans le matériau sur l'axe de l'indenteur.

Bien que les champs de contraintes associés à ces types d'indenteurs soient simples, on préfère utiliser des indenteurs pointus, coniques ou pyramidaux. Tabor (1951) a montré que pour de telles géométries, la pression de contact était indépendante de la taille de l'indenteur.

Dans ce travail, le diamant Vickers, pyramide à base carrée de demi-angle au sommet  $67^\circ$ , sera utilisé exclusivement. Le champ de contraintes induit par l'indentation comprend de fortes composantes hydrostatiques et de cisaillement mais les composantes en tension sont localisées sur les plans médians de l'indenteur, qui contiennent les diagonales de la pyramide.

##### **III.4.1.2 Fissuration par indentation**

Deux stades permettent à Lawn et Marshall (1979) et Evans et Marshall (1977) de décrire l'évolution du réseau de fissures obtenues par une indentation Vickers.

Le premier stade d'amorçage est la nucléation de deux fissures circulaires perpendiculaires entre elles et dont l'intersection est confondue avec l'axe de l'indenteur. Elles sont localisées sous la surface du matériau.

Lorsque les deux fissures initiées atteignent une taille critique, le second stade conduit à deux fissures semi-circulaires apparaissant en surface, dans le prolongement des diagonales de l'indenteur (Figure III.36).

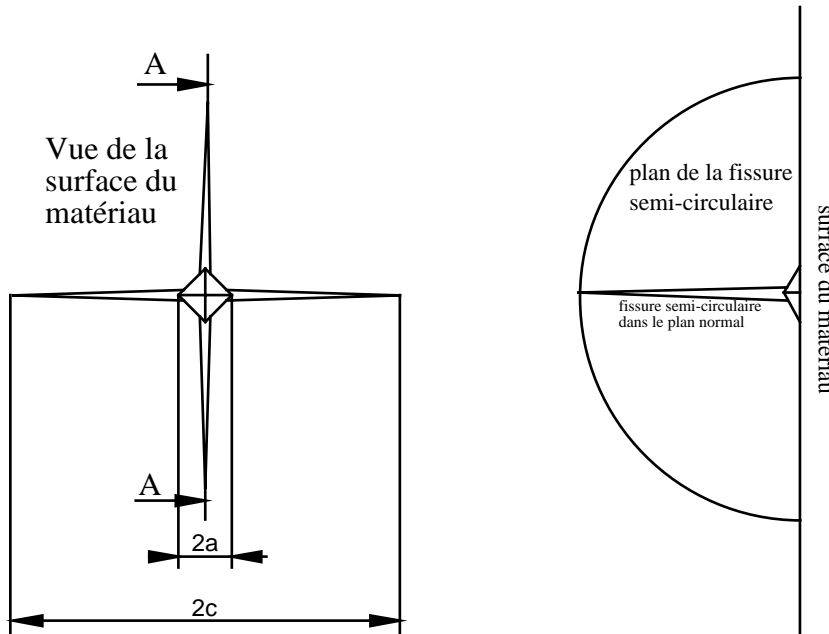


Figure III.36: réseau de fissures développé par une indentation Vickers d'un milieu élastique homogène semi-infini.

Certaines conditions complémentaires, telles qu'un champ de contraintes résiduel ou une forte rugosité surfacique peuvent développer d'autres réseaux de fissures (Evans, Wilshaw, 1976).

Les conditions de propagation d'une fissure en conditions quasi-statiques découlent du premier principe de la thermodynamique:

$$\frac{dU}{dc} = \frac{d}{dc} (-W_L + U_e) + \frac{d}{dc} U_s = -G + 2\Gamma \quad \text{III.30}$$

où  $U$  : énergie totale;

$W_L$  : travail des forces appliquées;

$U_e$  : énergie de déformation élastique dans le milieu fissuré;

$U_s$  : énergie totale de surface des fissures;

$G$  : énergie de rupture;

$\Gamma$  : énergie de surface;

$c$  est la longueur des fissures.

A l'équilibre,  $G = 2\Gamma$ , ce qui d'après Lawn et Evans (1977) et Lawn et Fuller (1975), conduit à la relation  $\frac{P}{c^{3/2}} = \beta_0 K_c$  pour  $c \gg a$ .

Swain (1976) a montré qu'au déchargement, il subsiste un facteur d'intensité de contrainte résiduel  $K_r = X_r P/c^{3/2}$ . Anstis, Chantileul, Lawn et Marshall (1981) ont comparé les résultats des mesures de  $K_c$  par indentation avec des méthodes classiques de mécanique de la rupture sur des céramiques. Limitée aux matériaux développant un réseau de fissures bien observables, tels que les polycristaux, cette méthode permet de retrouver les résultats classiques avec une très bonne précision.

### III.4.2 Indentation interfaciale

Après avoir présenté des généralités sur l'indentation de massifs semi-infinis, cette méthode va laisser entrevoir tout son intérêt pour cette étude puisqu'elle permet de provoquer un délaminage interfacial entre deux couches.

Dans le cas de couches minces sur substrat épais, l'indentation hertzienne à la surface de la couche mince peut être citée anecdotiquement. Elle est utilisée par Evans et Hutchinson (1984) ainsi que par Davis, Bao, Cao et Evans (1991). Si la déformation de la couche mince est accommodée par plasticité, il en résulte des contraintes résiduelles qui peuvent conduire à la fissuration de l'interface (Evans, Hutchinson, 1984).

La déformation peut aussi être accommodée par une fissuration transverse de la couche mince qui se termine par un délaminage de l'interface lorsqu'elle atteint le substrat (Davis *et al*, 1991).

Une autre façon de provoquer le délaminage d'un revêtement est l'indentation en surface d'une coupe de matériau. Dal Mashio, Sglavo, Mattivi, Bertamini et Sturlese (1994) ont obtenu une valeur de l'énergie de rupture interfaciale d'une barrière thermique comportant une céramique déposée par le procédé plasma. L'interface céramique-métal a été indentée par un diamant Vickers dont la diagonale était placée autant que possible sur l'interface.

Cette méthode sera utilisée dans cette étude, c'est pourquoi sa théorie sera quelque peu développée.

Dal Mashio *et al* ont propagé des fissures depuis les coins de l'indenteur Vickers le long de l'interface. Une zone plastique hémisphérique se forme sous le site d'indentation et l'incompatibilité élastique entre les deux milieux fournit une force motrice pour propager une fissure au déchargement du matériau lors de la remontée de l'indenteur.

Des modèles mécaniques simples sont utilisés pour décrire l'indentation et obtenir des limites de l'énergie de rupture interfaciale  $G_c$ .

Le cas de l'indentation est une situation intermédiaire entre la situation de la figure III.37 et celle de la figure III.38.

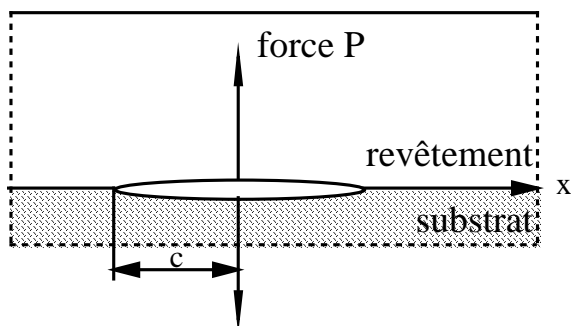


Figure III.37 représentation bidimensionnelle d'une fissure

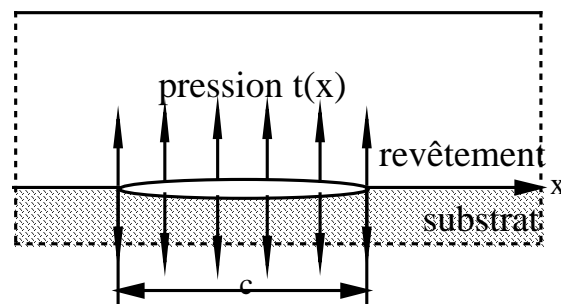


Figure III.38: représentation bidimensionnelle d'une fissure

interfaciale non débouchante chargée par une force  
perpendiculaire à son plan et concentrée en son milieu.

interfaciale non débouchante chargée par une pression  
perpendiculaire à son plan.

La figure III.37 montre une fissure interfaciale non débouchante sollicitée en mode I d'ouverture par une force concentrée en son milieu. La figure III.38 montre une fissure interfaciale non débouchante sollicitée en mode I d'ouverture par une pression uniformément répartie sur toute sa longueur. L'énergie de rupture de la fissure de la figure III.37 a été déterminée par Rice et Sih (1965) dans leur publication déjà citée au paragraphe III.2.1.1. Leur résultats valables pour les fissures semi-infinies débouchantes sont étendus ici au cas de fissures non débouchantes.

$$G_1 = \frac{1}{c\pi^2} (C_1 + C_2) P^2 \sin^2(\epsilon \log(2c)) \quad \text{III.31}$$

où  $C_i = \frac{\eta_i + 1}{\mu_i};$

$\mu_i$  sont les modules de cisaillement des deux couches;

$$\eta_i = 3 - 4\nu_i \text{ en déformations planes; } \eta_i = \frac{3 - \nu_i}{1 + \nu_i} \text{ en contraintes planes;}$$

$\epsilon$  a été défini au paragraphe III.2.2.1.

Dans le cas de la figure III.38, le calcul de l'énergie de rupture est dû à Willis (1971).

$$G_2 = \frac{\pi^2}{2} \frac{b^2 - d^2}{b} (1 + 4k^2) t^2 c \quad \text{III.32}$$

où  $k$ ,  $d$  et  $b$  sont des fonctions des  $\eta_i$  et des  $\mu_i$ .

La détermination de la pression  $t$  s'inspire de travaux de Johnson (1985) qui donnent la taille de la zone plastique créée par une indentation Vickers et étendus au cas d'un bimatériau par Dal Mashio et al (1994).

En fin de compte, l'énergie de rupture proposée par ces auteurs est donnée par l'expression III.33.

$$Gc = \alpha \frac{b^2 - d^2}{b} (1 + 4k^2) \psi \frac{a^4}{c^4} \quad \text{III.33}$$

où  $\psi$  est une fonction des  $E_i$ , modules d'Young des couches et des  $H_i$ , duretés des couches;  
 $a$  est la demi-longueur de la diagonale de l'empreinte;

l'expression de  $\alpha$  peut être déterminée à partir de la référence Lawn *et al* (1980).

Les résultats expérimentaux des essais d'indentation ont été confrontés à des essais de fatigue thermique qui confirment la valeur de cette approche.

Barlett et Dal Mashio (1995) ont également utilisé cette méthode. L'indentation de la couche d'alumine développée entre la céramique plasma et une sous-couche MCrAlY avec un diamant Vickers

de 3kg, a donné naissance à des fissures sub-interfaciales. Toutes les fissures interfaciales qui ont pu se développer au devant de la pointe du diamant ont dévié dans la céramique.

L'angle de phase  $\psi = \tan^{-1}(K_{II} / K_I)$ , dû à l'incompatibilité élastique, produit des contraintes de cisaillement à l'origine de la déviation et il faut alors introduire le formalisme du paragraphe III.2.3 dans l'analyse.

Ainsi, ces auteurs obtiennent des énergies de rupture interfaciale de l'interface alumine/zircone d'une barrière thermique plasma brute d'élaboration de l'ordre de 20 J/m<sup>2</sup> et n'observent pas de changement de ces valeurs lors du développement de la couche d'alumine par oxydation.

### **III.5. Essais d'indentation de l'interface alumine/sous-couche**

#### **III.5.1. Introduction**

A la différence des essais menés sur les éprouvettes AG2C, l'indentation crée une modification locale de l'état de contrainte du matériau. Le paragraphe III.4 a montré que l'indentation était couramment utilisée pour obtenir des caractéristiques mécaniques interfaciales, telles qu'une énergie de rupture ou un facteur d'intensité de contrainte.

Dans notre cas, l'indentation interfaciale n'est pas destinée à caractériser complètement l'interface ondulée. En effet, pour cela il faudrait pouvoir indenter de manière systématique tous les types de profils interfaciaux ce qui demanderait une grande précision dans l'opération. On verra dans le paragraphe suivant que cette précision ne peut être obtenue en pratique et qu'une caractérisation complète de l'interface nécessiterait un nombre d'essais tout à fait déraisonnable.

Cet essai sera utilisé comme un complément des essais sur éprouvettes AG2C et leurs résultats respectifs seront comparés au chapitre V.

#### **III.5.2. Procédure d'essai**

Les échantillons à indenter sont des coupes de la barrière thermique dont le substrat est plan et mesure 1 mm d'épaisseur. Un échantillon est laissé brut d'élaboration tandis que quatre autres échantillons sont vieillis pendant 5h, 15h, 30h et 64h. Les quatre échantillons seront appelés respectivement  $\gamma$ ,  $\lambda$ ,  $\nu$  et  $\psi$ . Ils sont imprégnés sous vide, puis polis selon la procédure décrite à l'annexe 1.

Chaque échantillon est fixé sur l'appareil de micro-indentation. Le microscope qui s'y trouve intégré ne permet qu'un grossissement de 100 si bien qu'il est impossible de discerner avec précision l'interface alumine/sous-couche de l'interface zircone/alumine.

L'essai consiste à tenter de viser l'interface alumine/sous-couche mais le taux de rebut est très élevé. En moyenne, cinquante empreintes sont réalisées sous des charges variant de 0,25N à 2N.

Le dépouillement des indentations doit se faire au microscope à effet de champ à fort grossissement. Toutes les empreintes localisées relativement près de l'interface sont photographiées à un grossissement de 3000. Cela permet de mesurer la taille de l'empreinte et de quantifier les proportions de zircone, d'alumine et de sous-couche atteintes qui définissent la position de l'empreinte par rapport à l'interface. En effet, supposons que deux empreintes soient réalisées en deux points d'une interface parfaitement homogène. La longueur de fissure développée sur l'interface ne sera pas la même selon que la diagonale de l'empreinte soit parfaitement confondue avec l'interface ou que la diagonale soit légèrement décalée dans la sous-couche.

L'énergie fournie par l'indenteur peut être dissipée de six manières différentes: la plastification de la sous-couche ou sa fissuration fragile, la micro-fissuration de l'alumine, la micro-fissuration de la zircone, la fissuration interfaciale et la déviation de la fissure dans l'une des couches.

Comme on l'a vu dans le paragraphe II.2.3, la déviation de fissure survient couramment lorsqu'il existe une grande différence des propriétés élastiques entre les deux couches adjacentes et c'est le cas pour l'alumine et l'aluminiure de nickel.

Les extrémités des empreintes dont la diagonale est proche de l'interface sont systématiquement photographiées à des grossissements de 5000 ou 10000. Un second tri des fissures est effectué. Pour simplifier l'analyse ultérieure, seule les empreintes dont les deux fissures interfaciales ne dévient pas de l'interface sont retenues, ce qui restreint leur nombre à une dizaine environ.

Il est évident que c'est un nombre insuffisant pour analyser un milieu aussi complexe que l'interface, avec ses défauts et ses variations géométriques. On se contentera donc de vérifier si les résultats de cet essai coïncident bien avec la théorie proposée de manière générale.

### **III.5.3. Résultats expérimentaux**

L'échantillon brut d'élaboration n'a présenté aucune fissure purement interfaciale. Ce cas ne sera donc pas traité.

Sur tous les autres échantillons il a été possible d'observer des fissures typiquement représentées par la photographie de la figure III.39 qui montre un exemple de fissure obtenue sur l'échantillon v, vieilli pendant 30h et indenté sous 0,75N.

Ce comportement semble courant. En effet, Evans, Crumley et Demaray (1983) évoquent des résultats qualitatifs concernant l'indentation interfaciale entre une couche de NiCrAl revêtue de zircone. Le système développe une couche d'alumine entre le NiCrAl et la zircone. A l'état brut d'élaboration, toutes les fissures sont déviées dans l'alumine tandis qu'elles restent localisées dans l'interface après des vieillissements à 1000°C. L'affaiblissement de l'interface est causé pour ces auteurs par la formation de cavités interfaciales.

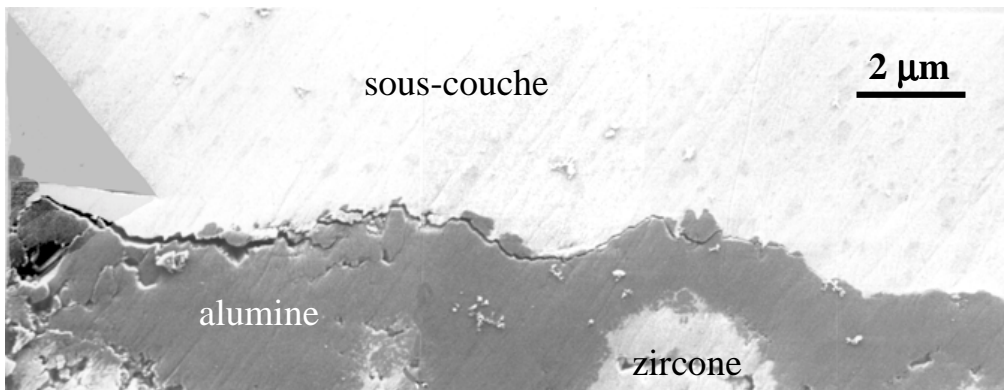


Figure III.39: fissuration de l'interface due à l'indentation Vickers sous 0,75N.

Les fissures sont mesurées le long de l'interface comme le précise le schéma de gauche de la figure III.40. Le schéma de droite explicite les grandeurs définies de la façon suivante:

$a$  est la demi-largeur de la diagonale de l'empreinte dans la direction de l'interface;

$l_i$  est la longueur curviligne de la fissure mesurée depuis l'intersection entre l'interface et l'empreinte (schéma de gauche);

$c_i$  est la somme  $l_i + a$ ;

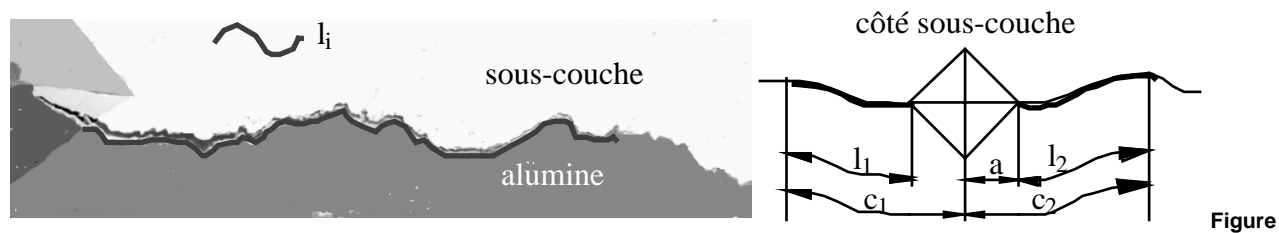
les indices  $i$  prennent les valeurs 1 ou 2 pour les mesures faites respectivement à gauche et à droite.

La taille de la diagonale de l'empreinte  $2a$  a été mesurée dans la direction parallèle à l'interface sur toutes les empreintes. Dans la direction perpendiculaire à l'interface, l'empreinte n'est pas symétrique en raison de l'hétérogénéité du milieu indenté. L'évolution de la taille moyenne le long de l'interface, en fonction de la force d'indentation  $F$ , est donnée par la figure III.41. Elle est quasiment linéaire et l'on utilisera la relation suivante:

$$2a = 13,036 F \quad \text{III.34}$$

Les graphes de la figure III.42 indiquent les longueurs des fissures mesurées de part et d'autre d'une empreinte si ces deux fissures ne dévient pas. Pour une charge donnée, deux symboles identiques sur le graphique correspondent à une même empreinte. Pour exploiter ces mesures, la longueur totale  $l_1 + l_2$  des fissures développées de part et d'autre d'une même empreinte a été reportée sur les graphes de la figure III.43. Les symboles qui figurent sur ces graphes sont repris de la figure III.42.

Quelle que soit la durée de vieillissement, l'élévation de la charge d'indentation provoque une augmentation des longueurs de fissure. Il subsiste toutefois des fissures assez courtes qui ne suivent pas cette tendance. Etant donné les nombreux paramètres qui peuvent intervenir dans une éventuelle absorption d'énergie, qui serait disponible pour la fissure dans le cas idéal, un tel phénomène n'est pas étonnant.



III.40: définition des mesures d'empreintes

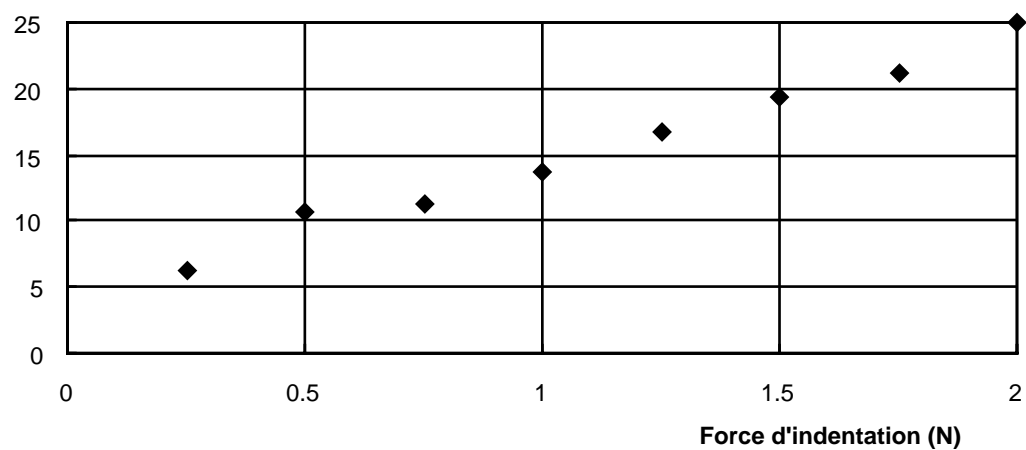
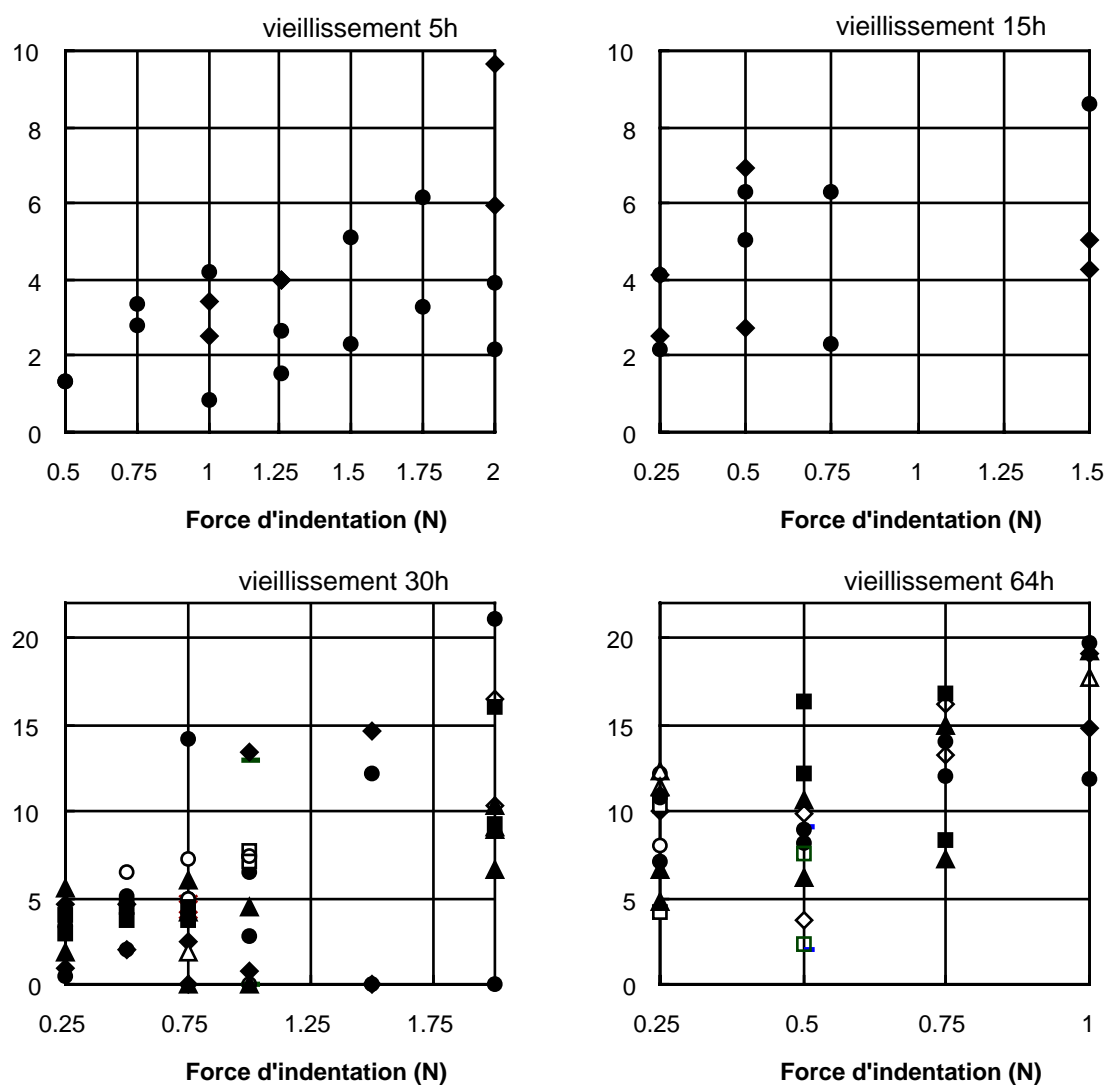
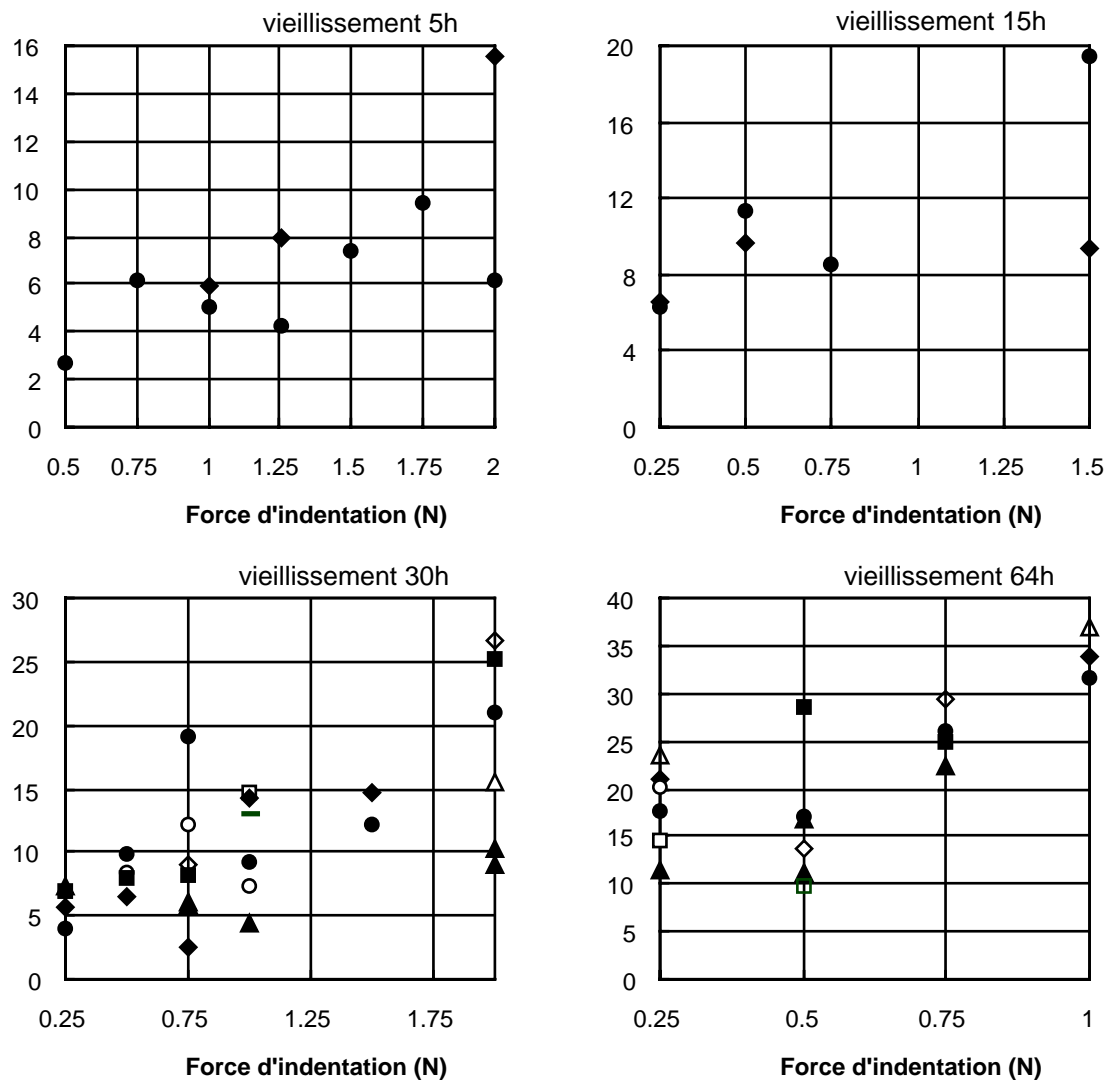


Figure III.41: évolution de la taille moyenne de la diagonale de l'empreinte en fonction de la force d'indentation.





**Figure III.42:** longueur de fissure interfaciale mesurée lorsque l'empreinte développe une fissure non-déviée de chaque côté. Les symboles identiques à une charge donnée correspondent à la même empreinte.



**Figure III.43:** somme des longueurs de fissures développées de part et d'autre d'une empreinte. Les symboles de la figure III.42 sont repris ici.

### III.5.4. Analyse de l'origine de la dispersion des résultats

#### III.5.4.1. Influence de la position de l'empreinte par rapport à l'interface

Nous avons souhaité examiner si les dispersions observées dans les mesures de longueurs de fissures viennent du décalage de la diagonale de l'empreinte par rapport à l'interface ce qui provoquerait des variations d'énergies dissipées dans les couches. La figure III.44 explicite les mesures effectuées pour calculer approximativement le volume de matière qui a été comprimé par l'indenteur. On ne tient pas compte d'une zone plastifiée ou micro-fissurée dans les couches. Seule la matière qui a disparu est prise en compte pour exprimer une déformation résiduelle irréversible.

Cinq cas sont à considérer, selon la position de la diagonale de l'indenteur par rapport à l'une ou l'autre des interfaces. Le schéma de droite de la figure III.44 montre une demi-empreinte dont l'angle  $\theta$  est supposé être égal à l'angle de l'indenteur Vickers. Cette hypothèse n'est qu'une approximation car le retour élastique du matériau, à la remontée de l'indenteur, provoque une

diminution de l'angle. La profondeur  $e$  est calculée à partir de l'angle  $\theta$  et des mesures expérimentales des demi-diagonales d'empreintes.

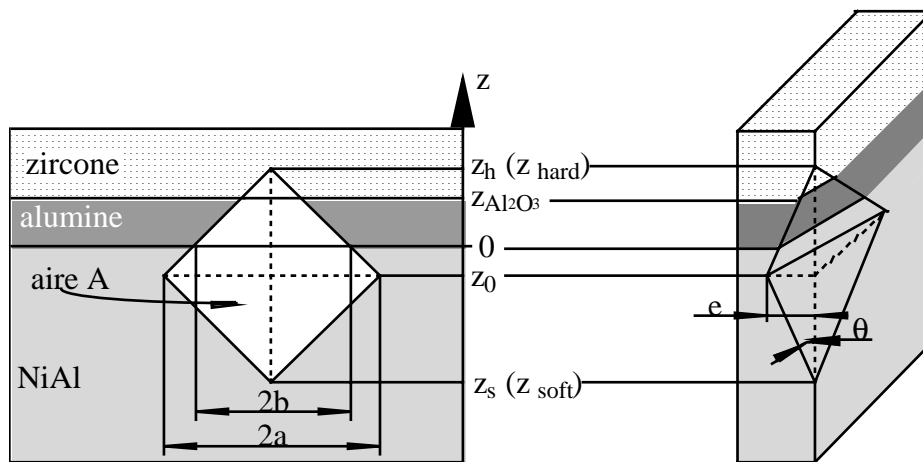


Figure III.44: géométrie de l'empreinte d'indentation dans le milieu tricouche.

L'aire totale  $A$  de chaque empreinte projetée orthogonalement sur la surface indentée a été calculée en annexe 9 et reportée sur la figure III.45 en fonction de la charge appliquée et pour les différents temps de vieillissement. L'évolution de cette grandeur est quasiment linéaire avec la charge, quel que soit le temps de vieillissement.

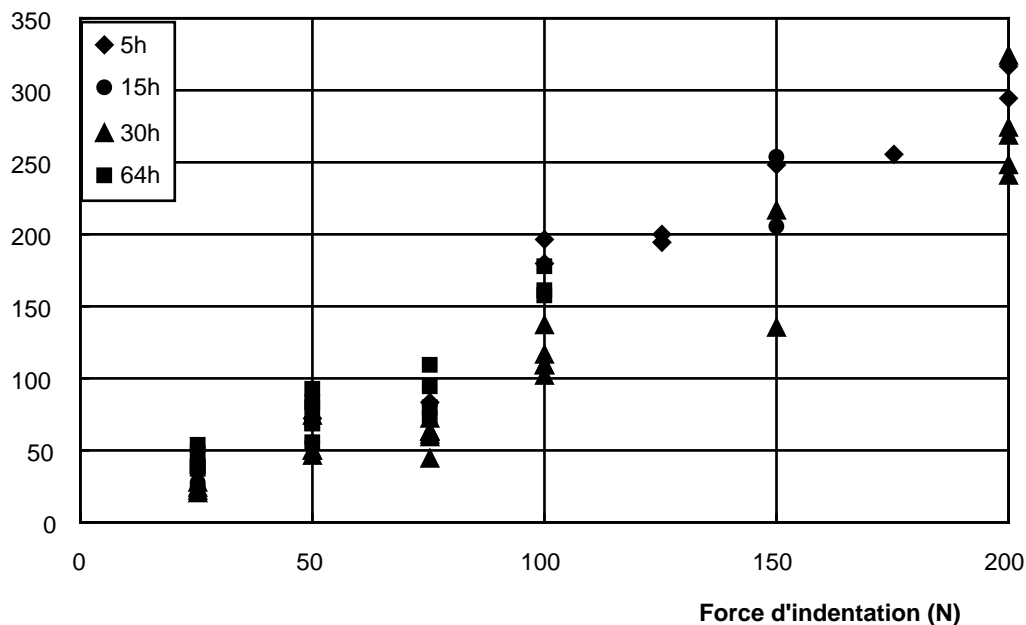


Figure III.45: aires des empreintes vues en projection orthogonale sur la surface indentée.

Pour chaque durée de vieillissement, les fractions volumiques de matière écrasée ont été calculées à partir des aires surfaciques mesurées. Le calcul est présenté dans l'annexe 9. Il utilise l'approximation qui suppose que l'empreinte est une pyramide à base carrée engendrée par l'aire mesurée à la surface.

L'annexe 9 présente également les résultats numériques sous la forme d'histogrammes. Deux histogrammes sont présentés pour chaque durée de vieillissement. Le premier comporte la fraction de volume de matière écrasée pour chacune des trois couches touchées par l'empreinte, en fonction de la force d'indentation. Chaque barre de l'histogramme correspond à une empreinte et comprend les trois pourcentages cumulés de volume matériau  $i$  ( $i = \text{NiAl}, \text{Al}_2\text{O}_3, \text{ZrO}_2$ ) écrasé par rapport au volume total de l'empreinte. En vis à vis, le deuxième histogramme montre la longueur totale de fissure qui s'est développée.

Il est donc possible d'essayer de corrélérer, à une charge donnée, la longueur de la fissure avec les proportions des différentes couches affectées mais aucune tendance n'a pu être mise en évidence par ces mesures.

De ce fait, nous choisissons de travailler uniquement sur les valeurs maximales qui sont reportées dans la figure III.46 en fonction de la charge d'indentation. Ces valeurs sont supposées être obtenues dans des conditions énergétiquement favorables pour développer une fissure. Ce graphe montre que le vieillissement provoque un affaiblissement de la résistance interfaciale.

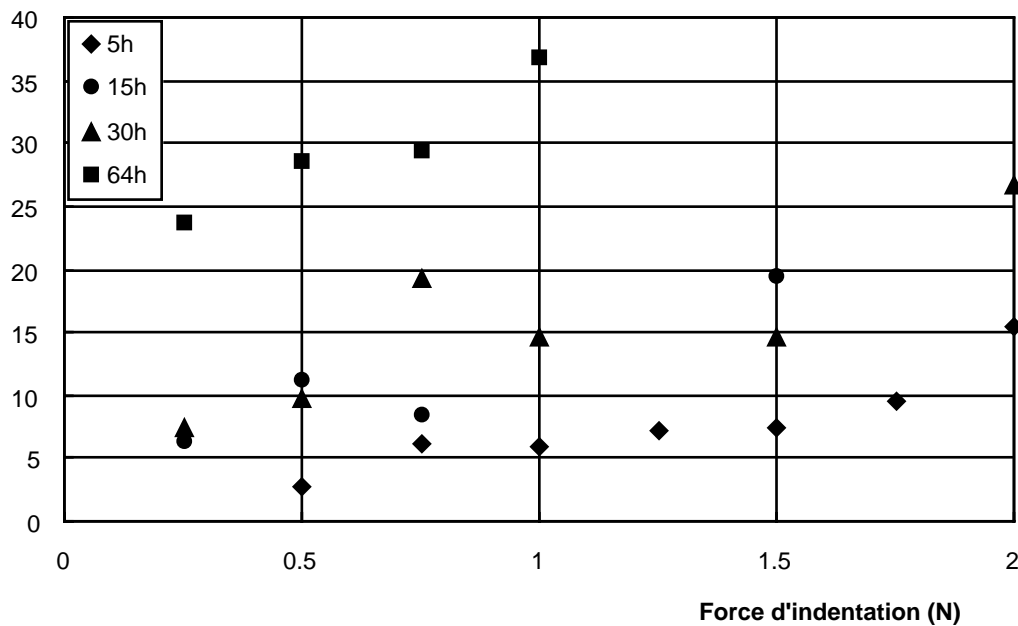
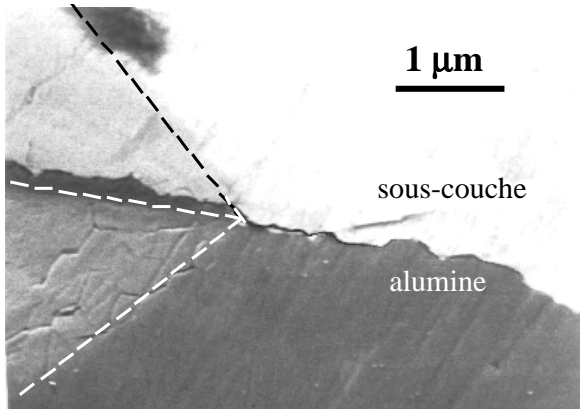


Figure III.46: lieu des maximum des sommes des longueurs de fissures

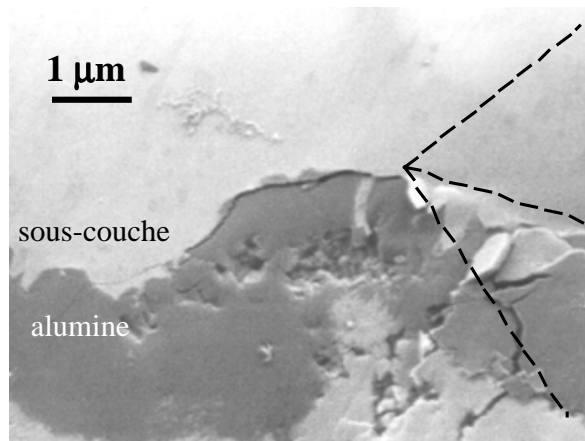
#### III.5.4.2. Influence de la courbure locale de l'interface

La courbure locale au point d'indentation est un facteur qui peut jouer sur la longueur de fissure du fait de l'état de contraintes résiduelles qui règne à température ambiante dans les couches. Supposons que des indentations soient réalisées sur une interface parfaitement homogène dont seule la courbure varie. Si une fissure se développe le long d'une interface plane, la propagation sera un mode II pur en raison de l'incompatibilité élastique à l'interface. Ce cas est illustré par la figure III.47. En revanche, si l'interface alumine/sous-couche est concave (figure III.48), il existe dans l'alumine une contrainte normale à l'interface dirigée

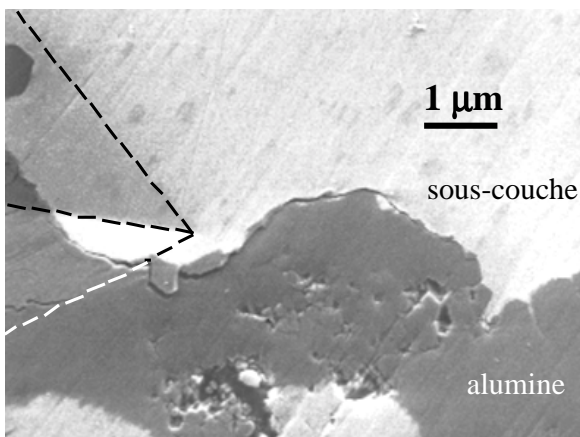
vers l'intérieure de l'éprouvette. La fissuration sera de modes I et II combinés. La composante en mode I sera défavorable à la propagation, provoquant la fermeture de la fissure. A l'inverse, une fissure sur une interface convexe (figure III.49) se propage aussi en modes I et II mais la composante de mode I est favorable puisqu'elle provoque une ouverture de la fissure.



**Figure III.47:** indentation de 0,25N après 30h de vieillissement. Le départ de la fissure a lieu sur une zone plane.



**Figure III.48:** indentation de 0,75N après 30h de vieillissement. Le départ de la fissure a lieu sur une zone où l'interface est concave.



**Figure III.49:** indentation de 0,75N après 30h de vieillissement. Le départ de la fissure a lieu sur une zone où l'interface est convexe.

Toutes les empreintes qui ont permis de développer des fissures purement interfaciales des deux côtés ont été passées en revue afin de déterminer si le départ de la fissure avait lieu dans une zone interfaciale plane, concave ou convexe. Puis les fissures qui ont permis de tracer le graphe de la figure III.46 ont été isolées du premier ensemble. Ce sous-ensemble correspond aux empreintes dont la somme des longueurs de deux fissures est maximale pour une charge et un temps de vieillissement donnés.

Le tableau III.8 présente les résultats des comptages statistiques réalisés sur le type de site d'amorçage des fissures. Pour en faciliter la compréhension, des ensembles sont définis par la figure III.50.

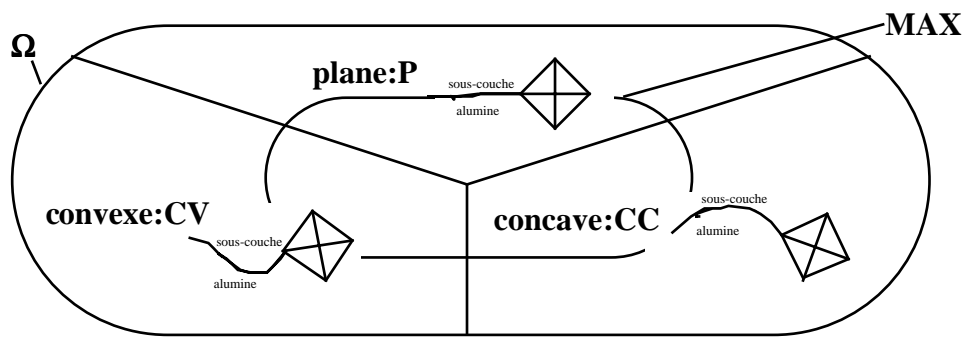


Figure III.50: définition de la terminologie utilisée dans la statistique sur les sites d'amorçage de fissures.

Soit  $\Omega$  l'univers de toutes les fissures retenues, c'est à dire celles dont l'empreinte comporte deux fissures purement interfaciales non déviée.

Soit MAX l'ensemble des fissures dont la somme avec sa voisine de la même empreinte donne la longueur maximale à la charge fixée.

L'ensemble  $\Omega$  est partitionné en trois sous-ensembles disjoints: P l'ensemble des fissures amorcées en zone plane, CC l'ensemble des fissures amorcées en zone convexe et CV l'ensemble des fissures amorcées en zone concave.

Temps de vieillissement	5h	15h	30h	64h
card(P)	7	8	16	24
card(CC)	6	7	20	10
card(CV)	1	1	12	4
card(P $\cap$ MAX)	4	4	3	6
card(CC $\cap$ MAX)	6	3	6	2
card(CV $\cap$ MAX)	0	1	2	0
Tous temps de vieillissement confondus	$X = P$		$X = CV$	$X = CC$
card(X) par rapport à card( $\Omega$ )	47 %		38 %	15%
card(X $\cap$ MAX) par rapport à card( $\Omega$ )	15%		15%	2%

Tableau III.8: statistiques sur les sites d'amorçage des fissures.

Parmi les trois partitions de  $\Omega$ , les fissures amorcées sur un site concave sont minoritaires (15%) quel que soit le temps de vieillissement. Or la position des empreintes réalisées est tout à fait aléatoire puisque la courbure locale de l'interface n'est pas visible par le microscope optique du micro-indenteur. Ainsi, la courbure concave est bien une condition défavorable au développement d'une fissure non déviée. Les sites d'amorçage plans et convexes sont dénombrés en quantités à peu près égales avec un léger avantage pour le site plan (47% contre 38%).

En extrayant de  $\Omega$ , les fissures du sous-ensemble MAX, il apparaît clairement que les plus longues fissures ne sont pas amorcées dans une zone concave (2% des 15%). La proportion des fissures de longueur maximale parmi toutes les fissures de  $\Omega$  est identique dans le cas d'une site plan ou d'un

site convexe (15% de 47% et 15% de 35%). Il est donc difficile de déterminer par cette expérience si le site plan ou le site convexe est le plus favorable au développement de fissures non déviées.

Il sera expliqué au chapitre V, lors du calcul des contraintes thermiques au sein de la barrière thermique, que les contraintes tangentielles à l'interface (solicitation de mode II), générées par la dilatation différentielle lors du refroidissement après l'élaboration des protections, induisent une composante orthoradiale lorsque l'interface est courbe. Cette composante induit un mode I d'ouverture de fissure qui se superpose à l'action de l'indenteur lorsque la courbure est convexe. En revanche, lorsque la courbure est concave, le mode I est en fermeture et s'oppose à l'action de l'indenteur. Il est donc normal que les fissures amorcées en zone concave soient minoritaires.

Cependant, à contraintes tangentielles égales, si la contrainte normale était le seul paramètre qui détermine l'affinité à la fissuration interfaciale, les fissures amorcées en zone concave devraient être plus nombreuses qu'en zone plane. D'autant plus que la compétition qui existe entre la fissuration interfaciale et la déviation de fissure (voir au paragraphe II.2.3) tourne à l'avantage de la fissuration interfaciale lorsqu'un mode I d'ouverture est ajoutée pour la raison suivante: la sollicitation de mode I appliquée par l'indenteur superposée à la sollicitation de mode I d'ouverture due aux contraintes thermiques conduit à une augmentation du facteur d'intensité de contrainte de mode I pour la fissuration interfaciale. Le facteur d'intensité de contrainte en mode I du milieu dans lequel la fissure peut dévier est bien évidemment augmenté aussi, mais d'une quantité moins importante car la fissure déviée fait un angle  $\omega$  avec l'interface. Ainsi, les ténacités relatives à la propagation interfaciale ou déviée étant constantes, le facteur d'intensité de contrainte mettra plus de temps à atteindre la ténacité qui permet la déviation en présence d'une contrainte normale, c'est à dire pour un substrat convexe.

La seule explication peut venir du fait que, après l'amorçage d'une fissure en zone convexe, celle-ci passe le point d'inflexion de la courbure de l'interface pour arriver dans une zone plane ou concave. Ceci est obligatoire pour que l'interface soit globalement rectiligne. La propagation est donc plus irrégulière puisque le mode I du facteur d'intensité de contrainte varie sans cesse en passant par des minimums qui peuvent conduire à l'arrêt de la fissure interfaciale ( $G_i < G_{ic}$  en terme d'énergie de rupture d'après le formalisme du paragraphe III.2.3) ou à la déviation de fissure ( $G_i < G_s = G_{sc}$ ).

#### III.5.4.3. Estimation de l'énergie de surface interfaciale

D'après l'expression III.33 du paragraphe III.4.2  $\left\{ G_c = \alpha \frac{b^2 - d^2}{b} (1 + 4k^2) \Psi \frac{a^4}{c^3} \right\}$ , l'énergie de rupture interfaciale est proportionnelle à  $a^4/c^3$  où  $a$  est la demi-diagonale de l'empreinte et  $c$  est la demi-diagonale de l'empreinte et la demi-longueur de la fissure. On rappelle également que l'on a la relation  $c=a+l$ .

Les paramètres  $b$ ,  $d$ ,  $k$  et  $\Psi$  sont définis par les expressions suivantes:

$$b = \frac{1 - \nu_1}{2\pi\mu_1} + \frac{1 - \nu_2}{2\pi\mu_2} \quad \text{III.35}$$

$$d = \frac{1 - 2\nu_1}{4\pi\mu_1} + \frac{1 - 2\nu_2}{4\pi\mu_2} \quad \text{III.36}$$

$$k = \frac{1}{2\pi} \ln\left(\frac{b+d}{b-d}\right) \quad \text{III.37}$$

$$\Psi = \left[ \left( \frac{1}{E_1} + \frac{1}{E_2} \right) \left( \sqrt{\frac{E_1}{H_1}} + \sqrt{\frac{E_2}{H_2}} \right) \right]^{-2} \quad \text{III.38}$$

où  $\nu_i$  sont les coefficients de Poisson des deux couches;

$\mu_i$  sont les modules de cisaillement;

$E_i$  sont les modules d'Young;

$H_i$  sont les duretés Vickers.

La dureté Vickers de la sous-couche a été mesurée par micro-indentation. On a  $HV_{NiAl}=550$ . La dureté Vickers de l'alumine massive est issue de la bibliographie et l'on a  $HV_{Al_2O_3}=2100$ .

Les quatre paramètres des expressions III.35 à III.38 sont calculés ci-dessous:

$$b = 2,68 \cdot 10^{-8} \text{ MPa}^{-1} \quad d = 2,10 \cdot 10^{-7} \text{ MPa}^{-1}$$

$$k = 2,5 \cdot 10^{-2} \quad \Psi = 1,29 \cdot 10^7 \text{ MPa}^2$$

Le paramètre  $\alpha$  dépend de la géométrie de l'indenteur et de la nature des matériaux. Il est de l'ordre de 0,02 identiques (Dal Mashio, Sglavo, Mattivi, Bertamini, Sturlese, 1994) pour une indentation Vickers de l'interface entre deux milieux( d'après le calcul de Lawn, Evans et Marshall 1980). En l'absence de plus de données concernant ce paramètre, la valeur de 0,02 sera utilisée ici pour déterminer un ordre de grandeur de l'énergie de rupture.

$$\text{On a donc } G_c \approx 0,688 \frac{a^4}{c^3} \text{ (l'unité de 0,688 est le MPa)} \quad \text{III.39}$$

Les courbes de la figure III.46, donnant la longueur maximum de  $c$ , développée sous une charge donnée sont reprises sur la figure III.51 en symboles pleins reliés par des traits interrompus. Les croix représentent l'évolution de  $a$ . Les symboles évidés sont les représentations graphiques des fonctions paramétrées par  $\chi$  telles que pour chaque charge à un temps d'oxydation donné l'on ait:

$$c_{\text{expérimental}} = \sqrt[3]{\frac{a^4}{\chi}} \quad \text{III.40}$$



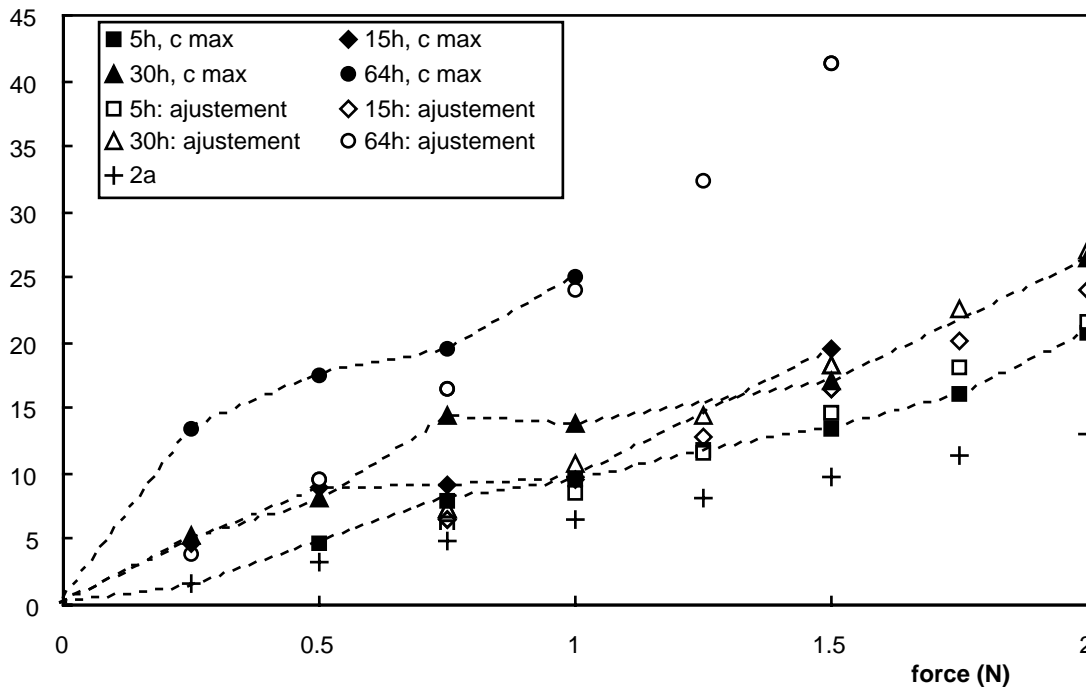


Figure III.51: ajustement du paramètre  $\chi$  aux résultats expérimentaux.

L'ajustement est assez grossier mais les valeurs du paramètre  $\chi$  et des énergies de rupture interfaciales  $G_c$  qui en résultent sont données dans le tableau III.9. La représentation graphique de l'évolution de  $G_c$  en fonction du temps de vieillissement de la barrière thermique à 1100°C est donnée par la figure III.52.

Les valeurs semblent très faibles puisque des auteurs (Schütze, Saito, Onay, Maruyama, 1992; Evans, Lobb, 1984) donnent des ordres de grandeur de 3 à 6 J/m<sup>2</sup> pour l'énergie de rupture des interfaces Ni/NiO et Cr/Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Il faut cependant garder à l'esprit la complexité d'analyse de ces essais d'indentation qui doivent être réalisés en très grand nombre pour s'affranchir des défauts de positionnement des empreintes par rapport à l'interface et pour obtenir une valeur moyenne fiable des longueurs de fissures développées le long d'une interface très irrégulière.

D'autre part, l'état de contrainte de l'échantillon n'est pas le même que celui subi par l'interface entre deux milieux semi-infinis. Cet effet a été particulièrement mis en évidence par Guichet (1998). Des contraintes de cisaillement se développent par effet de bord d'une part et certaines composantes du tenseur des contraintes peuvent être relaxées par la création du bord libre d'autre part, si bien que l'échantillon passe d'un état de déformation plane à un état de déformation triaxiale. Enfin, des contraintes internes peuvent être générées par l'usinage lors de la découpe de l'échantillon.

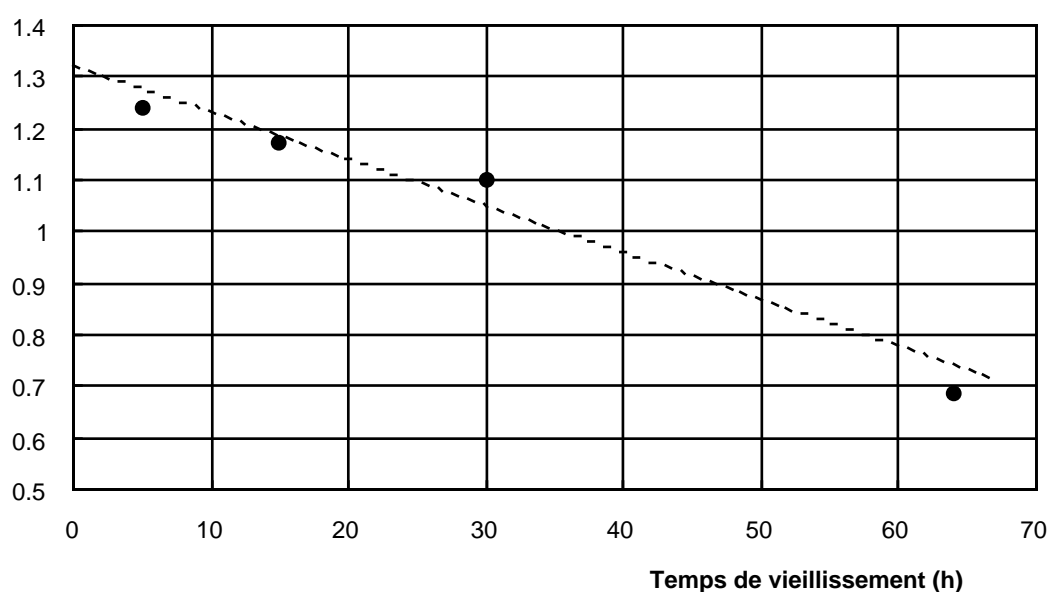
Les effets liés à la découpe ont probablement plus de conséquence sur la validité de la valeur de  $G_{Ic}$  que les approximations de calcul proprement dites, puisque la valeur du paramètre  $\alpha$  a été calculée pour une interface entre deux milieux identiques.

En interpolant les résultats de la figure III.52 par une fonction affine, l'énergie de rupture de l'interface non oxydée, est égale à 1,32 J/m<sup>2</sup>. De plus d'après cette représentation, l'énergie s'annulerait aux alentours de 90h ce qui correspondrait à un délaminage spontané de l'interface.

Une dernière remarque mérite d'être évoquée: l'énergie de rupture interfaciale calculée ici est relative à l'interface idéale et à ses défauts tels que les cavités, l'abaissement de l'énergie d'interface par la ségrégation du soufre (paragraphe I.3.1.2). Cette méthode ne permet donc pas d'obtenir une grandeur vraiment intrinsèque.

Temps de préox (h)	5	15	30	64
$\chi$	1,8	1,7	1,6	1
$G_c$ (J/m <sup>2</sup> )	1,24	1,17	1,1	0,688

**Tableau III.9:** résultats du calcul de l'énergie de rupture.



**Figure III.52:** évolution de l'énergie de rupture interfaciale en fonction du temps de vieillissement de la barrière thermique à 1100°C.

# **Chapitre IV**

## **Fatigue oligocyclique isotherme et anisotherme**



## **Chapitre IV: Fatigue oligocyclique isotherme et anisotherme**

### **IV.1. Introduction**

La simulation d'une sollicitation de type fatigue thermique sur une aube de turbine est couramment réalisée par trois familles d'essais de laboratoire: la fatigue thermique sur structure: la fatigue oligocyclique isotherme sur élément de volume, la fatigue mécano-thermique, ou fatigue oligocyclique anisotherme, sur élément de volume (Rémy,1986)

Cette introduction examine brièvement dans quelles mesures ces essais permettent d'approcher une sollicitation réelle et dans quelles limites leurs résultats peuvent être considérés comme représentatifs.

Dans une pièce réelle, les cycles thermiques et mécaniques subis par des éléments de volume sont très complexes et dépendent de la mission effectuée par l'avion. L'environnement fortement corrosif et oxydant n'est pas facilement reproductible en laboratoire de telle sorte que les essais sont souvent simplement conduits sous air ambiant, dans un environnement oxydant à haute température. Des essais sous vide secondaire peuvent, en complément, mettre en évidence le rôle de l'oxydation dans les mécanismes d'endommagement.

Les simulations de fatigue thermique ont débuté à la fin des années quarante par les travaux de Coffin chez General Electric. Ils apportent des avancées dans les idées sur la déformation plastique et son lien avec les dislocations. La relation de Manson-Coffin en résulte et est à l'origine de l'essor de la fatigue oligocyclique qui, contrairement à la fatigue vibratoire, implique toujours des déformations plastiques.

#### **IV.1.1. Principe de la fatigue thermique sur structure**

La fatigue thermique est la sollicitation subie par un matériau lors de cycles de chauffage et refroidissement, lorsqu'on l'empêche de se dilater ou de se contracter librement.

L'essai de fatigue thermique est un essai technologique sur une éprouvette de géométrie simple, développé notamment par Glenny, Northwood, Shaw et Taylor (1958). Les paramètres thermomécaniques ne sont pas uniformes dans l'éprouvette de telle sorte que celle-ci s'apparente à une structure. En isolant un élément de matière de l'éprouvette considéré comme un élément de volume, le bridage qu'il subit de la part de ses voisins est dépendant de la géométrie de l'éprouvette et de la technologie du banc d'essai. Seuls ces deux paramètres conditionnent le choc thermique et leur influence est étudiée par Glenny et Taylor (1970) ainsi que Rezaï-Aria, François et Rémy (1988).

Glenny utilise des éprouvettes en forme de disques plongées dans les lits fluidisés d'alumine. Le flux thermique reçu par l'éprouvette en conditions limites est uniforme sur toute sa surface et les gradients thermiques sont induits par la géométrie. Koster, Chataigner et Rémy (1995) présentent un banc d'essai de fatigue thermique qui permet d'engendrer des chocs thermiques beaucoup plus sévères

puisque l'effet de la géométrie de l'éprouvette est couplé à une concentration du chauffage et du refroidissement sur le bord le plus mince de l'éprouvette.

Des étalonnages des température obtenus sur la barrière thermique avec ce banc sont présentés dans l'annexe 6.

Le principe de l'essai de fatigue thermique est d'autant plus simple que son interprétation est complexe. En apparence, il est proche d'un essai sur pièce moteur réelle, d'autant plus que les éprouvettes sont souvent assimilées à tort à des aubes simplifiées. Les contraintes et les déformations dans un élément de matière dépendant de paramètres qui, pour être modifiés, demandent des manipulations lourdes. Il en résulte qu'un cycle thermo-mécanique qui aurait été calculé lors d'un essai moteur ne peut jamais être fidèlement reproduit. Généralement, on se contente d'ajuster les températures extrêmes de l'essai à l'application visée.

Les essais doivent être interrompus régulièrement pour permettre l'observation de l'éprouvette et suivre la propagation de fissures perpendiculairement au bord mince ce qui permet d'établir des courbes similaires à celle de la figure II.37. Ensuite, le calcul des conditions de sollicitation thermo-mécanique demande la résolution d'un problème de thermique suivi d'un problème de mécanique. La première étape consiste à résoudre l'équation de la chaleur en utilisant les conditions limites inhérentes au banc d'essai, pour calculer les températures en tous points de l'éprouvette. La seconde étape aboutit au calcul des contraintes et déformations par l'intermédiaire d'un modèle de comportement déjà identifié sur le matériau habituellement par des essais isothermes.

Bien qu'étant un problème fondamental concernant la tenue en service des barrières thermiques, la fatigue thermique conduite à l'aide de technologies qui permettent un très bon contrôle des paramètres expérimentaux est assez rare. La plupart des études sont conduites sur un banc à flamme (Teixeira, Andritschky, Gruhn, Mallener, Buchkremer, Stiver, 1985 et Immarigeon, Parameswaran, Chow, Morphy, 1997) ou par un chauffage inductif (Busso, Mc Clintock, 1993) rendant les conditions limites peu accessibles et de ce fait les calculs thermo-mécaniques difficiles.

#### **IV.1.2. Principe des essais de type élément de volume**

Les essais sur élément de volume sont indiqués afin d'accéder directement aux contraintes et déformations dans l'éprouvette sans avoir recours à un modèle de comportement. En outre, ces essais possèdent l'avantage d'offrir des possibilités très larges pour faire varier les paramètres expérimentaux.

##### **IV.1.2.1. Fatigue oligocyclique isotherme**

Les essais de fatigue oligocyclique isotherme permettent de déterminer l'endurance et le comportement cyclique d'un élément de volume de matière soumis à une sollicitation mécanique à température constante. Ils peuvent simuler le comportement d'un élément réel dont la température varie de manière quasi-statique mais ils sont souvent mis en oeuvre pour identifier des lois de comportement, pour isoler des mécanismes d'endommagement survenant à une température donnée et qui existent de manière couplée en service. Parfois enfin, les essais sont utilisés comme substitutifs de

la fatigue thermique, mais dans ce cas la plus grande prudence doit être respectée car cette approche n'est pas valable quels que soient les paramètres expérimentaux.

Le choix des températures d'essai n'est pas effectué au hasard. Souvent, elles correspondent à des valeurs extrêmes des contraintes ou des températures dans le cycle de fatigue anisotherme. Taira (1973) introduit la notion de température équivalente en remarquant que dans certains cas, les durées de vie en fatigue thermique peuvent être égales aux durées de vie de fatigue isotherme à déformation imposée à une température intermédiaire du cycle de fatigue thermique.

Dans cette étude, la température de 1100°C a été retenue afin que la cinétique d'oxydation de la sous-couche soit rapide. La sous-couche est viscoplastique à 1100°C et les contraintes thermiques, maximales à température ambiante, y sont relaxées.

Contrairement au cas d'un revêtement de type barrière thermique, le problème de la fatigue oligocyclique isotherme de superalliages nus est très largement traité.

Les mécanismes de rupture de l'AM1 résultent de la compétition entre la propagation de fissures amorcées sur des porosités interdendritiques et de fissures résultant d'une fragilisation de l'alliage par oxydation (Fleury, Rémy, 1993). En dessous de 950°C, les fissures amorcées sur des porosités gouvernent la rupture. Au-dessus de cette température, la propagation de fissures amorcées à la surface de l'alliage dans une couche oxydée, est la plus rapide. La période d'amorçage des fissures est très faible et la durée de vie résulte donc d'un problème de propagation.

La nature du mécanisme d'endommagement principal de l'AM1 à haute température montre qu'un revêtement modifiera probablement son comportement. Des comparaisons entre la durée de vie de superalliages nus et revêtus par des aluminures ont été publiées par Chataigner et Rémy (1995), Totemeier et King (1996), Totemeier, King et Gale (1996) ainsi que Perruchaut, Villechaise et Mendez (1996). Ces auteurs s'accordent à dire que la protection n'a qu'une influence sur la nature des sites d'amorçage des fissures de fatigue si bien que dans de nombreux cas, la durée de vie est inchangée. Chataigner et Rémy (1995) ainsi que Totemeier, King et Gale (1996) ont cependant montré qu'une préfissuration de la protection dans son domaine fragile peut réduire la durée de vie jusqu'à un facteur 5.

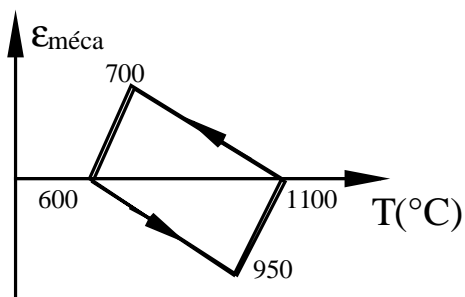
#### IV.1.2.2. Fatigue oligocyclique anisotherme

Au cours d'un essai de fatigue oligocyclique anisotherme, la température étant homogène dans toute la partie utile de l'éprouvette, une déformation mécanique est imposée pour induire une contrainte mécanique et simuler l'effet de la contrainte thermique dans les pièces réelles. Le bridage d'un élément de volume d'une structure par ses voisins lors d'une sollicitation thermique pure est à présent simulé par une sollicitation induite par la machine d'essais mécaniques. Une grande souplesse est permise dans le choix des cycles thermiques et mécaniques. Ceux-ci peuvent reproduire le cycle thermo-mécanique subi par une zone critique de la structure réelle ou explorer des conditions d'essai plus endommageantes.

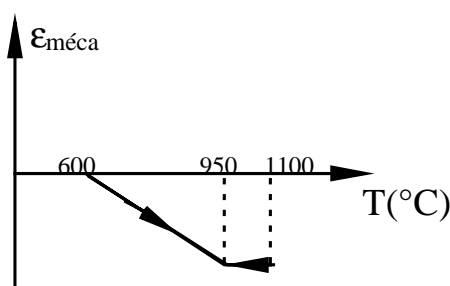
Cet essai, associé à l'essai de fatigue thermique, est souvent utilisé pour la validation des modèles de comportement.

L'influence d'une protection d'aluminiure sur la tenue de superalliages en fatigue mécano-thermique a fait l'objet de nombreuses études: Chataigner et Rémy (1995); Bernard et Rémy (1989); Kadioglu et Sehitoglu (1995); Rémy, Hanriot, Chataigner, Espié, Fleury (1995); Arana, Martinez Esnaola, Fuentes (1994).

Les mécanismes d'endommagement activés dépendent directement du cycle thermo-mécanique. Bernard et Rémy (1989) ont observé un retard de l'amorçage des fissures lorsque le superalliage polycristallin IN100 est revêtu par un dépôt d'aluminiure CVD et sollicité selon le cycle représenté en figure IV.0(i). Chataigner et Rémy (1995) ont étudié l'AM1 revêtu par la protection C1A. Lors d'un cycle thermomécanique semblable à celui de la figure IV.0(i) mais dont la température maximale est égale à 1100°C, les durées de vie sont inchangées, que le matériau soit nu ou revêtu. Par contre, en appliquant le cycle représenté en figure IV.0(ii), la relaxation des contraintes de compression à 1100°C suivie du retour à déformation mécanique nulle couplé au refroidissement peut engendrer des contraintes de traction qui provoquent la rupture fragile de la protection. Un nouveau mécanisme d'endommagement apparaît et sa conséquence est une réduction de la durée de vie.



**Figure IV.1 (i):** cycle de fatigue mécano-thermique "diamant".



**Figure IV.1 (ii):** cycle de fatigue mécano-thermique en compression.

Dans la plupart des cas de fatigue anisotherme ou de fatigue isotherme à basse fréquence, l'oxydation joue un rôle important. Les modèles de prévision de la durée de vie font donc intervenir un couplage entre l'oxydation et la déformation pour décrire l'endommagement. (Reuchet, Rémy, 1983; Antolovitch, Liu et Baur, 1981).

L'équation de dommage est obtenue en supposant que l'avancée d'une fissure par fatigue est assistée par une contribution de l'oxydation, conduisant au formalisme qui a déjà été présenté dans le paragraphe II.7.3.3.1.

La publication de résultats d'essais de fatigue mécano-thermique sur des barrières thermiques est encore très rare. Wright (1997) a mené des essais sur des cycles classiques 'en phase' et 'hors phase' et observe que la contrainte de compression atteinte à la température minimale du cycle gouverne la durée de vie de la protection. Il ne met pas en évidence une épaisseur critique d'alumine. Quelques modèles de durée de vie phénoménologiques, sans approche réellement physique ont été développés par Miller (1984), Stangman, Neumann, Liu (1987), Meier, Nissley, Sheffler (1991).



### **IV.1.3. Démarche adoptée dans le travail**

Des essais de fatigue oligocyclique isotherme à 1100°C et de fatigue mécano-thermique entre 100°C et 1100°C ont été menés dans ce travail. Des essais de fatigue thermique sur structure ont également été réalisés mais le choix de la géométrie d'éprouvette a toujours conduit à n'obtenir que des bornes inférieures de paramètres critiques recherchés (durée de vie à l'écaillage etc...). Cette campagne d'essai est présentée succinctement dans l'annexe n°6.

Ne possédant pas d'informations concernant le comportement, les durée de vie et la nature des mécanismes d'endommagement qui peuvent intervenir en fatigue à haute température sur le système de l'étude, de nombreuses conditions d'essai ont été explorées en fatigue isotherme. Un critère de durée de vie a été défini et les mécanismes d'endommagement sont comparés lorsque la forme du cycle mécanique varie. En fatigue isotherme, seuls des essais interrompus à demi durée de vie permettent l'observation d'un état intermédiaire.

En fatigue mécano-thermique, la démarche fut différente puisque l'attention s'est portée sur la mise en évidence de l'évolution de l'endommagement au cours d'un seul type de sollicitation. La forme du cycle a été choisie afin de répondre à un compromis entre le désir de simuler la sollicitation sur un élément du bord d'attaque d'une aube réelle, de maintenir une cohérence avec les essais isothermes et les essais du chapitre III et enfin, un souci nécessaire de simplification qui conduise à des expériences significatives mais interprétables.

L'ensemble d'essais présenté dans ce chapitre étudie le comportement l'endommagement du système en fatigue à haute température.

## **IV.2. Méthodes expérimentales**

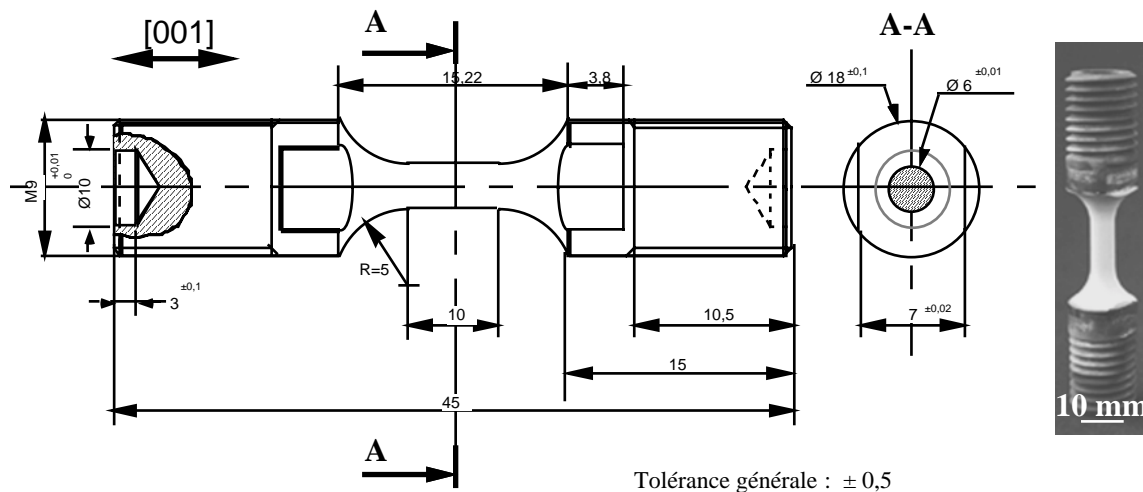
### **IV.2.1. Présentation des éprouvettes**

Les éprouvettes utilisées pour les essais de fatigue oligocyclique doivent respecter les critères d'un élément de volume, dans le cas d'un matériau massif tout du moins. Les champs de températures, de contraintes et de déformations doivent être uniformes dans toute la partie utile de l'éprouvette. Cet état est d'autant plus important dans le cas d'une éprouvette revêtue, où les seules singularités développées par la géométrie de l'éprouvette aux congés de raccordement par exemple, sont des conditions favorables au délaminage et peuvent être accrues par un gradient thermique. Cependant, dans la réalité et particulièrement en sollicitation anisotherme avec des transitoires rapides (5°C/s), l'homogénéité parfaite est quasiment impossible à obtenir.

L'uniformité du champ de températures dans une éprouvette massive est plus facile à obtenir en conditions isothermes. L'éprouvette utilisée est représentée en figure IV.2, dans laquelle la direction cristallographique [001] est dirigée selon l'axe de symétrie longitudinal. La partie utile est cylindrique, d'une longueur de 10mm et d'un diamètre de 6mm.

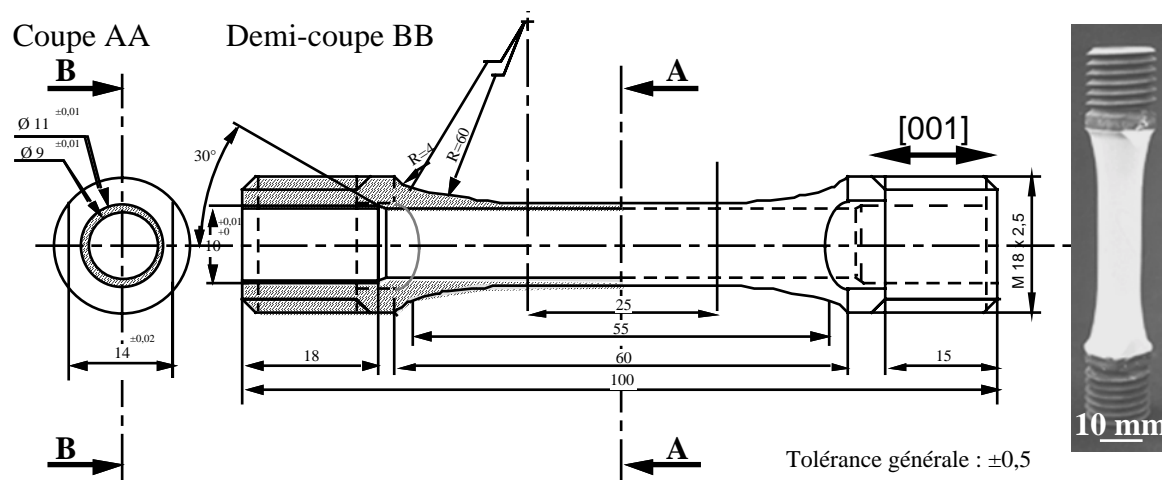
Même en conditions isothermes, l'uniformité du champ de température est moins évidente en présence d'une barrière thermique. Dans tous les cas, avant de débiter une sollicitation, qu'elle soit purement mécanique (fatigue isotherme), purement thermique (stabilisation avant la fatigue mécano-

thermique) ou couplée, deux conditions doivent être réalisées. D'une part on s'assure que le suivi de potentiel, qui sera décrit plus amplement dans la suite, soit stabilisé. D'autre part, lorsque le thermocouple atteint la température de consigne, une attente de 30 minutes au moins est respectée avant de lancer l'essai pour permettre à la température de s'homogénéiser à travers la barrière thermique et jusqu'au coeur du substrat.



**Figure IV.2:** éprouvette de fatigue oligocyclique isotherme. Dessin de définition et photographie d'une éprouvette revêtue par la barrière thermique.

En conditions anisothermes, Malpertu (1987) a défini une géométrie d'éprouvette tubulaire pour les essais sur matériaux massifs (Figure IV.3). Le diamètre intérieur est égal à 9 mm, le diamètre extérieur est égal à 11 mm et la partie utile a une longueur de 25 mm. L'éloignement des têtes d'éprouvettes de la partie utile permet de limiter le flux de chaleur sortant de l'éprouvette vers les lignes d'amarrage et d'obtenir une température quasiment uniforme tout le long de la partie utile. La géométrie tubulaire, de 1 mm d'épaisseur de paroi limite les gradients de température radiaux. Des cycles anisothermes entre 600°C et 1100°C peuvent être aisément conduits avec des vitesses de transitoires de 5°C/s sans dépasser 5°C de différence de température entre la paroi externe et la paroi interne.



**Figure IV.3:** éprouvette de fatigue oligocyclique anisotherme. Dessin de définition et photographie d'une éprouvette revêtue par la barrière thermique.

La barrière thermique est déposée sur la paroi externe de l'éprouvette. En rajoutant cette protection, les conditions thermiques dynamiques sont modifiées et le champ de températures doit faire l'objet d'une attention particulière. Les étalonnages de température effectués sur les cycles utilisés seront présentés au paragraphe IV.4.2.3.

#### **IV.2.2. Dispositif expérimental commun à la fatigue isotherme et anisotherme**

Les essais de fatigue oligocyclique isotherme ont été réalisés sur une machine de fatigue hydraulique à vérin ou électromécanique à vis de 50kN de capacité maximale en charge. Le chauffage des éprouvettes est assuré par le même principe qu'avec les essais sur éprouvettes multisections décrits au chapitre II.

Le dispositif extensométrique de mesures des déformations est également identique.

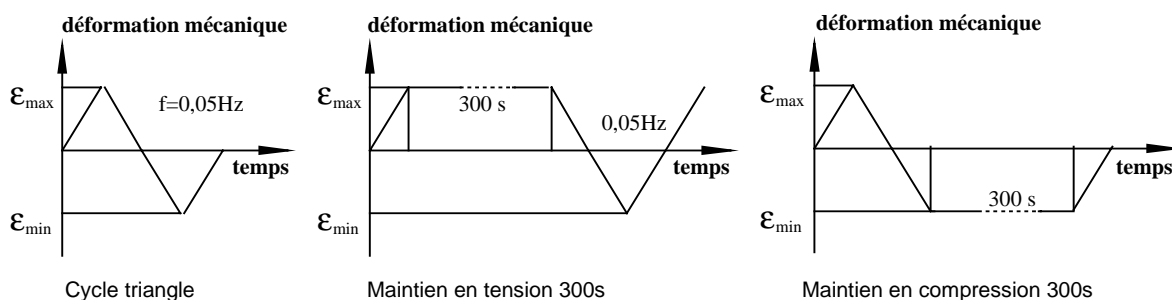
Un suivi électrique de fissures est installé sur les éprouvettes. Ce dispositif alimente l'éprouvette par un courant continu de 5A environ. Des prises de potentiel soudées au point d'arrêt de la barrière thermique mesurent continuellement la différence de potentiel. La déformation mécanique à température constante allonge les lignes de champ qui traversent l'éprouvette. La variation de température modifie la résistivité du matériau tandis que la dilatation thermique modifie la longueur des lignes de champ. Enfin, le développement d'une fissure induit également l'allongement de ces lignes qui doivent contourner la brèche. Ces phénomènes induisent une variation de la différence de potentiel mesurée. Baudin et Policella (1988) décrivent une méthode de mesure électrique de longueur de fissure grâce à un étalonnage. Toutefois, le suivi électrique sera seulement utilisé qualitativement dans cette étude car l'étalonnage aurait demandé un nombre d'éprouvettes trop important.

#### **IV.2.3. Particularités de l'essai isotherme.**

La température de la partie utile est mesurée par une thermocoaxe de type K (chromel-alumel) entouré d'une gaine de perlite et ligaturé sur l'éprouvette par un fil de nickel.

Les cycles de fatigue sont conduits en contrôle de déformation mécanique qui, en conditions isothermes, est égale à la déformation totale.

Les essais sont réalisés à la température de 1100°C et les cycles utilisés sont représentés en figure IV.4.



**Figure IV.4:** cycles des essais de fatigue oligocyclique

Le cycle triangle est réalisé à la fréquence de 0,05 Hz avec un rapport de déformation  $R_\epsilon = \epsilon_{\min}/\epsilon_{\max}$  de -1. Le deuxième cycle comprend un temps de maintien de 5 minutes à déformation mécanique maximale, ce qui permet de former une couche d'alumine en tension et de générer de fortes contraintes de compression à déformation mécanique négative. Le reste du cycle est identique au cycle triangle. Enfin, le troisième cycle comprend un temps de maintien de 5 minutes à déformation mécanique minimale. Deux déformations mécaniques, 0,75% et 1,6% sont utilisées.

Dans la suite, le cycle triangle sera appelé fatigue continue, abrégée parfois par 'fat. cont.'. Les désignations des cycles comprenant un temps de maintien en tension et en compression seront respectivement abrégées par 'maint.tens.' et 'maint.comp.'.

#### IV.2.4. Particularités de l'essai anisotherme

Basé sur un cycle mécano-thermique calculé par SNECMA au bord d'attaque d'une aube de turbine M88, un cycle approchant représenté en figure IV.5 a été défini pour les essais de fatigue mécano-thermique.

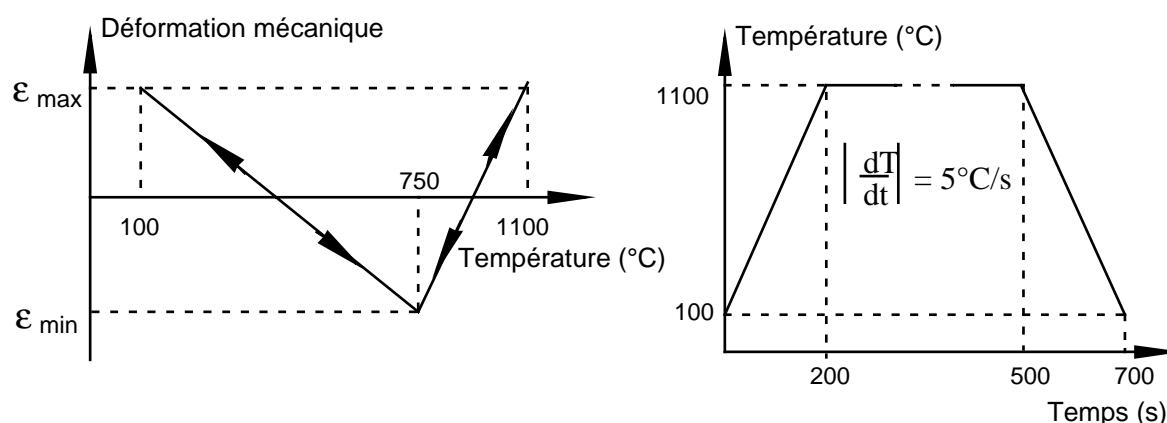


Figure IV.5: cycle de fatigue mécano-thermique ( $\epsilon_{\min} = -\epsilon_{\max}$ )

Quelques parties critiques de ce cycle restent proches de la réalité. Les deux *extrema* en température sont atteints pour la même valeur de la déformation mécanique positive. La déformation mécanique minimale est obtenue pour une température intermédiaire située aux alentours de la transition ductile-fragile de la sous-couche. Le rapport de déformation est  $R_\epsilon = -1$ .

Les transitoires de température sont réalisés à la vitesse de 5°C/s. Un temps de maintien de 5 minutes est appliqué à la température maximale de 1100°C et à déformation mécanique maximale.

Tous les essais seront conduits sous une amplitude de déformation mécanique de 0,75% puisque l'attention est portée davantage à l'étude de l'évolution de l'endommagement par fatigue mécano-thermique par des essais interrompus et destructifs, qu'à la caractérisation de la durée de vie sous différentes conditions expérimentales.

Les cycles ainsi définis sont les consignes thermiques et mécaniques de l'essai. Pour que cette consigne soit bien suivie en pratique, nous avons rencontré de nombreux problèmes, liés pour la plupart au suivi de la température en régime instationnaire sur une éprouvette considérée théoriquement comme un élément de volume mais qui présente en réalité des gradients thermiques.

La consigne de température est localisée à l'interface céramique-métal où elle ne peut pas être mesurée. Pour simplifier, la température sera supposée uniforme dans la paroi métallique de 1 mm d'épaisseur, tout le gradient étant localisé dans la couche céramique. Deux températures proches peuvent être mesurées: la température externe, à la surface de la barrière thermique et la température interne dans le tube.

De ce fait, il existe deux moyens d'asservir la température: soit par un thermocouple interne qui mesure directement la température de consigne, soit par un thermocouple externe et il faut alors utiliser un cycle de consigne équivalent défini par des étalonnages.

Les premiers essais ont été conduits par la première méthode au moyen d'un thermocouple chromel-alumel soudé au milieu de la partie utile de l'éprouvette en paroi interne. Un alésage de 3mm de diamètre a été percé dans une des têtes de l'éprouvette pour permettre la sortie des fils du thermocouple. La durée de vie moyenne de ce thermocouple étant de 50 cycles (1 cycle=700s) et puisqu'aucun dispositif de sécurité n'est prévu lorsque les écarts de mesure par rapport à la consigne en température sont excessifs, cet essai demande une présence quasi-constante de l'opérateur afin de vérifier la validité de la consigne en température. D'autre part, le changement d'un thermocouple nécessite le démontage complet de l'éprouvette pour pouvoir le ressouder à l'intérieur du tube. Cette procédure, extrêmement laborieuse, n'est applicable que pour des essais courts.

Pour des essais plus longs, l'asservissement de température peut être assuré sur un thermocouple ligaturé sur la barrière thermique et avec un cycle équivalent étalonné. La figure IV.6 présente ce cycle dont la température maximale atteint 1160°C et la température minimale 85°C. De plus, la gaine d'un thermocouple de type K ne résiste pas à de telles chaleurs et se désagrège assez rapidement si bien que nous avons utilisé un thermocouple de type S (Platine / Platine Rhodié).

Les essais sont conduits sur une machine électromécanique à vis, pilotée par un logiciel en langage orienté objet, développé spécialement pour la fatigue mécano-thermique au Centre des Matériaux par Koster, Fleury, Vasseur et Rémy (1992).

L'acquisition des paramètres tels que la charge, la déformation mécanique, la déformation totale, la température et le suivi électrique de fissures est assuré par le même logiciel simultanément avec le pilotage.

Un essai débute d'abord par une dizaine de cycles de stabilisation thermique dynamique au cours desquels l'éprouvette subit le cycle thermique sans le cycle mécanique. Sur les tracés enregistrés, le régime stationnaire dynamique sur l'échelle de temps d'un cycle, est observé au bout de 6 à 7 cycles. Au dernier cycle de stabilisation, l'ordinateur enregistre la dilatation thermique de l'éprouvette qu'il utilisera durant tout le reste de l'essai pour réguler la mesure en déformation totale, mesurée par le capteur extensométrique, à partir d'une consigne constituée par le cycle de consigne à déformation mécanique imposée. La relation utilisée pour permettre une régulation en déformation totale sur une consigne en déformation mécanique est donnée par l'expression IV.1.

$$\epsilon_t = \epsilon_m + \epsilon_{th} = \epsilon_{el} + \epsilon_{in} + \epsilon_{th} \quad \text{IV.1}$$

où  $\epsilon_t$  est la déformation totale mesurée par l'extensomètre;

$\epsilon_m$  est la déformation mécanique;

$\epsilon_{th}$  est la dilatation thermique;

$\epsilon_{el}$  est la déformation élastique;

$\epsilon_{in}$  est la déformation inélastique.

A la fin de la stabilisation thermique, l'opérateur doit commuter manuellement le pilotage de la machine en contrôle de déformation totale ce qui permet de coupler la sollicitation mécanique à la sollicitation thermique.

D'après Kokini et Reynolds (1991), lorsque les chauffages et refroidissements s'enchaînent, les valeurs prises par l'énergie de rupture interfaciale dépendent de l'histoire du chargement. Ainsi, si le premier transitoire est un refroidissement, il est possible de modifier l'état de contraintes résiduelles pour le reste de l'essai et de réduire la valeur de l'énergie de rupture sur tout le cycle. La durée de vie de l'interface céramo-métallique s'en trouve prolongée. Pour cette raison, tous les cycles de fatigue mécano-thermique seront commencés dans une phase de chauffage.

Le chauffage est obtenu par un four à 4 lobes semi-elliptiques et la phase de refroidissement nécessite un refroidissement forcé par air comprimé, commandé par une électrovanne à débit proportionnel. Les parois du four sont percées de petits orifices qui assurent un refroidissement réparti tout autour de l'éprouvette.

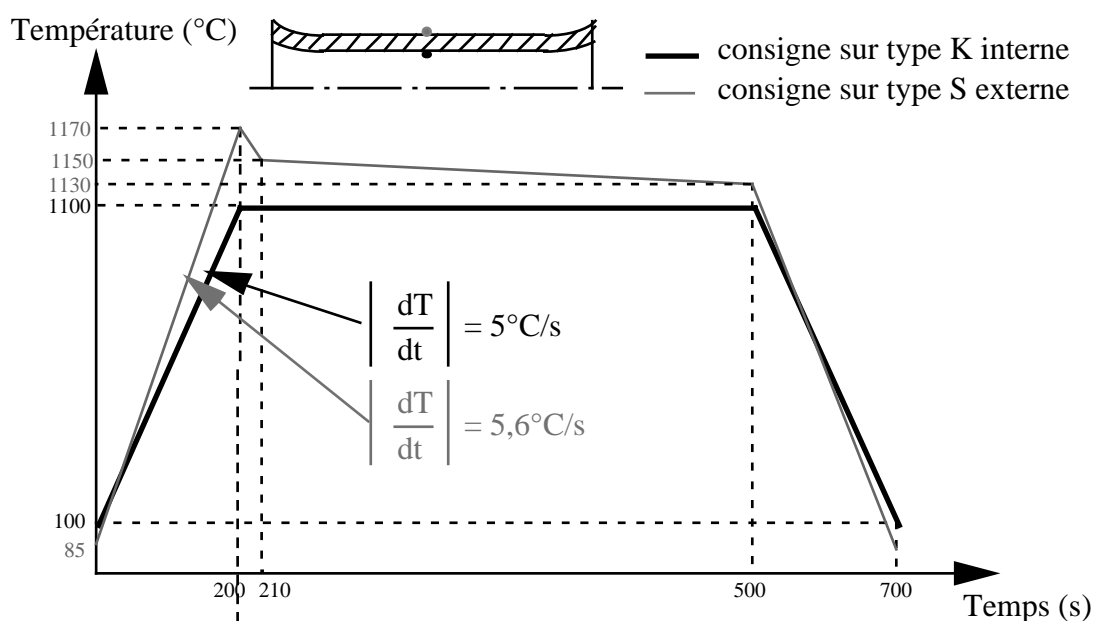


Figure IV.6: cycle équivalent à l'extérieur de l'éprouvette de fatigue mécano-thermique

### IV.3. Fatigue oligocyclique isotherme à 1100°C

#### IV.3.1. Paramètres expérimentaux

##### IV.3.1.1. Définition de la durée de vie

Lorsqu'une éprouvette subit une sollicitation mécanique cyclique à une amplitude de déformation fixée, la durée de l'essai dépend du phénomène que l'on souhaite mettre en évidence. Un essai mené jusqu'à la rupture de l'éprouvette permet d'évaluer le comportement du substrat. Si on s'intéresse à l'amorçage de fissures dans un matériau massif, la durée de vie sera définie par exemple comme étant le nombre de cycles nécessaires pour développer une fissure de 0,1mm. Dans ce cas, le suivi électrique de fissure est particulièrement intéressant car il permet, à la suite d'un étalonnage préalable par des essais interrompus et destructifs, de relier la longueur de la fissure à la différence de potentiel mesurée.

Dans notre cas, ces méthodes sont moins adaptées. D'une part on ne s'intéresse pas à la durée de vie du substrat si bien qu'un essai mené jusqu'à la rupture de l'éprouvette conduirait à un stade trop avancé de l'endommagement de la protection. D'autre part, on ne dispose pas d'éprouvettes en quantité suffisante pour pouvoir faire un étalonnage du suivi électrique. Le suivi électrique ne semble pas particulièrement bien adapté pour constituer un critère d'arrêt pour étudier l'endommagement de la protection puisque le signal n'est probablement pas perturbé par les mécanismes localisés dans les couches du revêtement.

Néanmoins, aucun autre moyen d'arrêter l'essai n'est à notre disposition et une chaîne d'émission acoustique ne peut pas être installée à 1100°C. L'enregistrement des paramètres d'essai de la première éprouvette testée (cycle triangle  $\Delta\epsilon_m=1,6\%$ ) nous a conduit à définir une durée de vie arbitraire: le suivi électrique enregistré au cours de l'essai est présenté en figure IV.7. Celui-ci varie peu jusqu'à 525 cycles environ puis subit un accroissement rapide. Au vu de ce tracé, nous avons décidé d'arrêter l'essai à 550 cycles, ce qui correspond à une variation de la différence de potentiel de 8%.

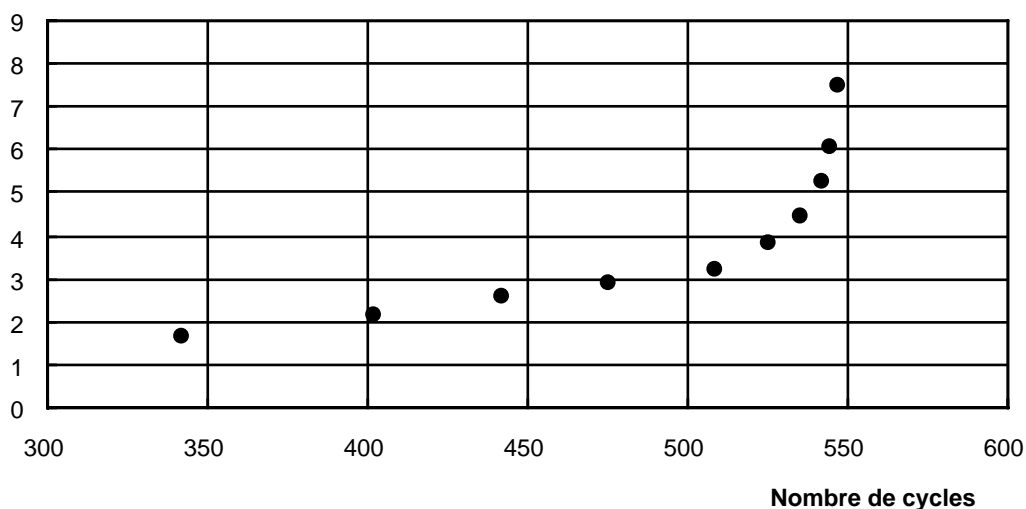


Figure IV.7: variation de la différence de potentiel au cours de l'essai en cycle triangle sous 1,6% d'amplitude de déformation mécanique.

Dans toute la suite des essais de fatigue oligocyclique isotherme, dans un souci d'homogénéité, la durée de vie sera définie par le nombre de cycles conduisant à une variation de la différence de potentiel de 8%.

#### IV.3.1.2. Conditions expérimentales

Le tableau IV.1 résume les 8 essais réalisés.

Les lignes grisées représentent les essais de durée de vie. Les lignes sur fond blanc sont des essais interrompus à demi-durée de vie. En se basant toujours sur le premier essai réalisé qui porte la référence LCF03, la fissure principale dans le substrat observée sur les coupes longitudinales atteint 2,25 mm. Pour l'essai LCF02, la fissure principale pénètre sur une profondeur de 2,5mm. En cycle triangle, le critère choisi conduit donc à développer une fissure de 2,5mm environ dans le substrat.

Référence éprouvette	Cycle	$\Delta\epsilon_m$ (%)	$\Delta\epsilon_{in}$ (%)	$\Delta\sigma$ (MPa)	N (cycles)
LCF02	fat. continue	0,75	0,197	472	4063
LCF09	fat. continue	0,75			2032
LCF03	fat. continue	1,6	0,68	755	550
LCF08	maintien tension	0,75	0,225	510	1176
LCF10	maintien tension	0,75			582
LCF05	maintien tension	1,6	0,887	917	113
LCF06	maintien compression	1,6	0,85	938	222
LCF11	maintien compression	1,6			100

**Tableau IV.1:** essais de fatigue oligocyclique isotherme. Lignes grisées: essais menés à durée de vie. Lignes blanches: essais menés à demi-durée de vie.

### IV.3.2. Résultats des essais

#### IV.3.2.1. Durée de vie (nombre de cycles)

Les durées de vie du matériau revêtu par la barrière thermique sont comparées sur la figure IV.8 à des résultats obtenus sur l'AM1 nu par Chataigner (documents internes ENSMP) où la durée de vie du matériau nu est définie comme le nombre de cycles nécessaires au développement d'une fissure de 1mm de profondeur, ce qui correspond à l'épaisseur de paroi des aubes mobiles refroidies.

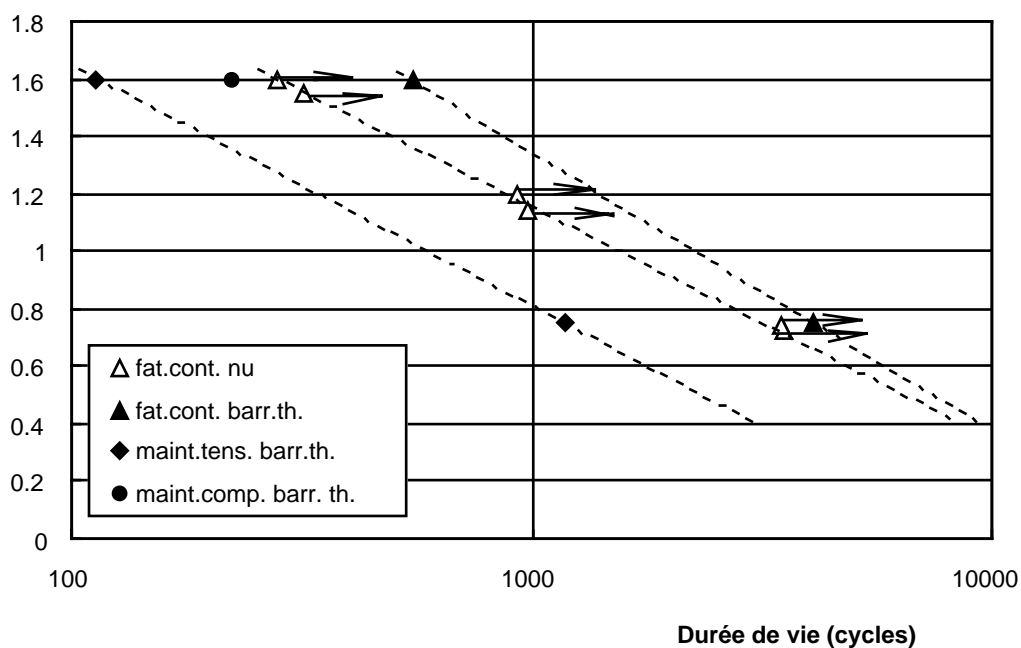
En se référant au critère d'arrêt des essais utilisé pour la barrière thermique (variation de suivi électrique de 8% correspondant à la propagation d'une fissure d'environ 2,5mm en cycle triangle), la position des points représentés en symboles pleins est exacte. Les triangle évidés sont relatifs aux essais de durée de vie sur l'AM1 nu. Leur position indique le développement d'une fissure de 1mm et le nombre de cycles nécessaires pour obtenir une fissure de 2,5mm est bien plus important. De ce fait, les valeurs relatives au matériau nu doivent être déplacées vers des durées de vie plus grandes avec le



critère des barrières thermiques, ce qui explique la présence des flèches horizontales sur les symboles triangulaires et évidés.

La comparaison entre le substrat nu et revêtu est délicate. En revanche, il est sûr que l'introduction d'un temps de maintien dans le cycle triangle réduit la durée de vie par rapport à celle du matériau nu et revêtu.

Le cycle comportant un temps de maintien en tension est le plus endommageant en terme de durée de vie, mais cela ne veut pas dire qu'un paramètre physique de dommage évolue de façon homothétique entre les trois types de cycle. En fait, le paragraphe présentant les examens microstructuraux montrera que le mode d'endommagement est très différent d'un cycle à l'autre.



**Figure IV.8:** évolution de la durée de vie définie par le critère de variation du suivi de potentiel de 8% en fonction de l'amplitude de déformation mécanique.

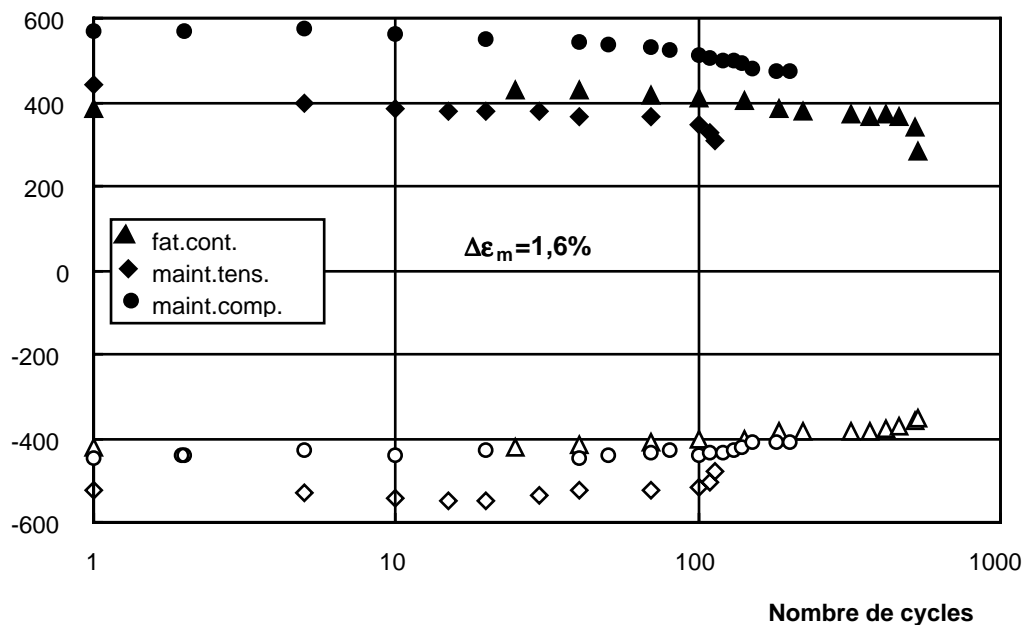
#### IV.3.2.2. Comportement

L'évolution des contraintes minimales et maximales au cours d'un essai est reportée respectivement en figure IV.9 pour une amplitude de déformation mécanique de 1,6% et en figure IV.10 pour une amplitude de déformation mécanique de 0,75%. Les essais menés jusqu'à la demi-durée de vie n'ont pas été représentés puisqu'ils se superposent avec les essais de durée de vie.

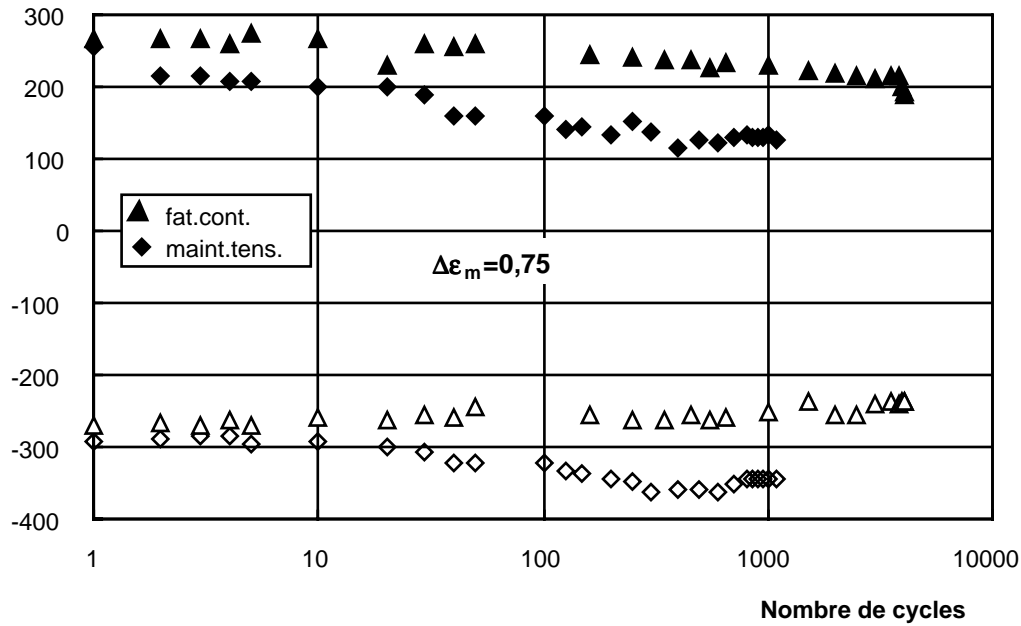
Quelle que soit l'amplitude de déformation mécanique, les contraintes minimales et maximales se stabilisent en quelques cycles. Une faible décroissance de ces deux grandeurs est observée après les dix premiers cycles de sollicitation. Cet adoucissement cyclique est probablement lié aux phénomènes de coalescence des précipités  $\gamma'$  de l'AM1 à haute température. L'essai conduit en fatigue continue sous une amplitude de déformation mécanique de 1,6% a permis de définir le critère d'arrêt des essais par l'augmentation rapide de la différence de potentiel entre les deux têtes de l'éprouvette. Cette accroissement s'accompagne d'une chute rapide des contraintes minimales et maximales (Figure IV.9, symboles triangulaires pleins et évidés) qui correspond à la propagation rapide d'une fissure principale dans le substrat (Figure IV.11(i)).

L'allure de l'évolution des contraintes extrêmes pour les cycles 'maint.tens.' sous  $\Delta\epsilon_m = 1,6\%$  et 'fat.cont.' sous  $\Delta\epsilon_m = 0,75\%$  présente également cette rapide décroissance quelques cycles avant la durée de vie. Ces deux éprouvettes comportent également au moins une grande fissure qui s'est propagée dans le substrat (Figures IV.11(ii) et IV.11(iii)).

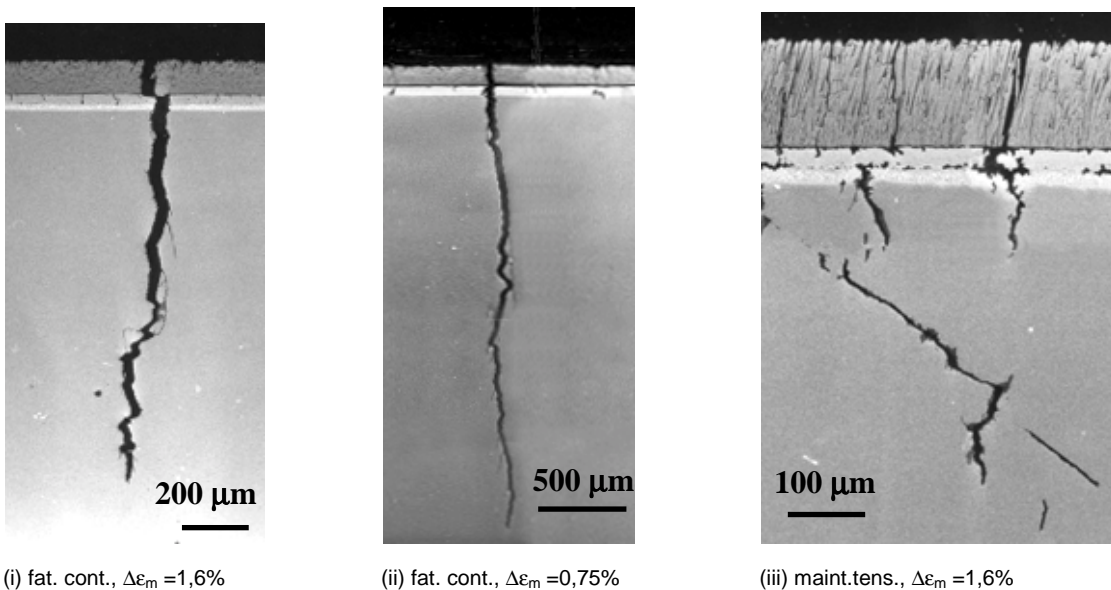
Par contre, les allures correspondant aux cycles 'maint.comp.' sous  $\Delta\epsilon_m = 1,6\%$  'maint.tens.' sous  $\Delta\epsilon_m = 0,75\%$  ne décroissent pas rapidement à la fin de l'essai. L'éprouvette ayant subi le cycle 'maint.comp.' sous  $\Delta\epsilon_m = 1,6\%$  s'est brusquement rompue alors que le signal du suivi électrique décroissait de manière régulière et continue. L'éprouvette ayant subi le cycle 'maint.tens.' sous  $\Delta\epsilon_m = 0,75\%$  ne présente pas de grande fissure qui pénètre dans le substrat.



**Figure IV.9:** évolution des contraintes maximales (symboles pleins) et des contraintes minimales (symboles évidés) lors des essais de durée de vie sous une amplitude de déformation mécanique de 1,6%.



**Figure IV.10:** évolution des contraintes maximales (symboles pleins) et des contraintes minimales (symboles évidés) lors des essais de durée de vie sous une amplitude de déformation mécanique de 0,75%.



**Figure IV.11:** fissures principales observées en fatigue oligocyclique isotherme.

La figure IV.12 présente l'évolution de la contrainte moyenne au cours de tous les essais de durée de vie. En cycle triangle (symboles triangulaires), la contrainte moyenne est à peu près nulle pendant la partie de l'essai où les contraintes extrêmes diminuent peu. Vers la fin de l'essai, la contrainte moyenne devient négative, ce qui traduit le développement d'une fissure qui diminue la complaisance de l'éprouvette en traction. Dans le cas des cycles 'maint.tens.', la contrainte moyenne évolue vers les valeurs négatives du fait de la relaxation qui a lieu pendant le maintien en traction. La situation évolue vers les contraintes positives dans le cas du cycle 'maint.comp.' pour les mêmes raisons.

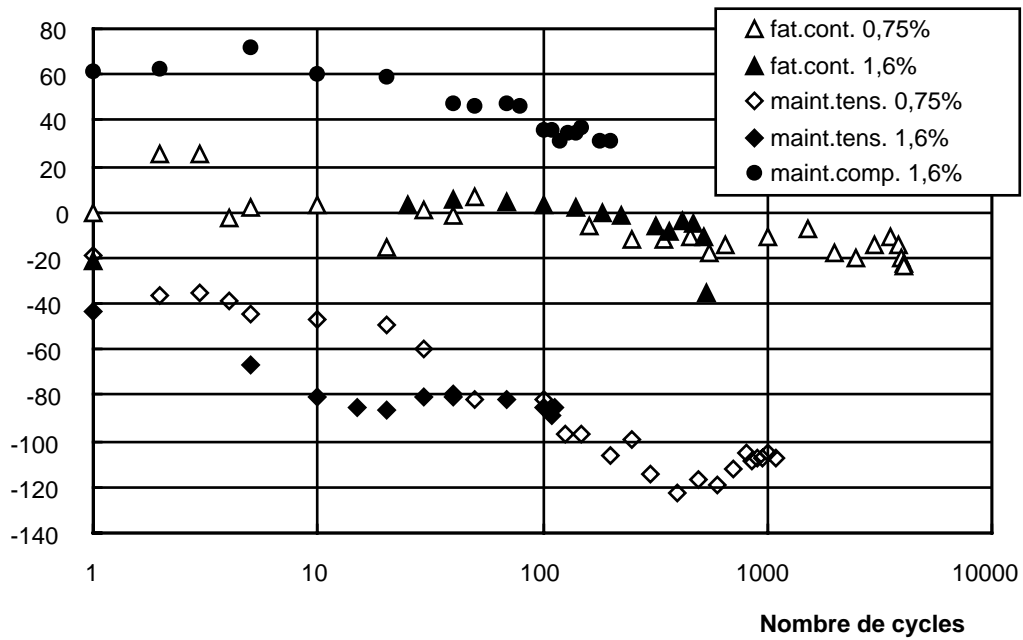


Figure IV.12: évolution de la contrainte moyenne lors des essais de durée de vie.

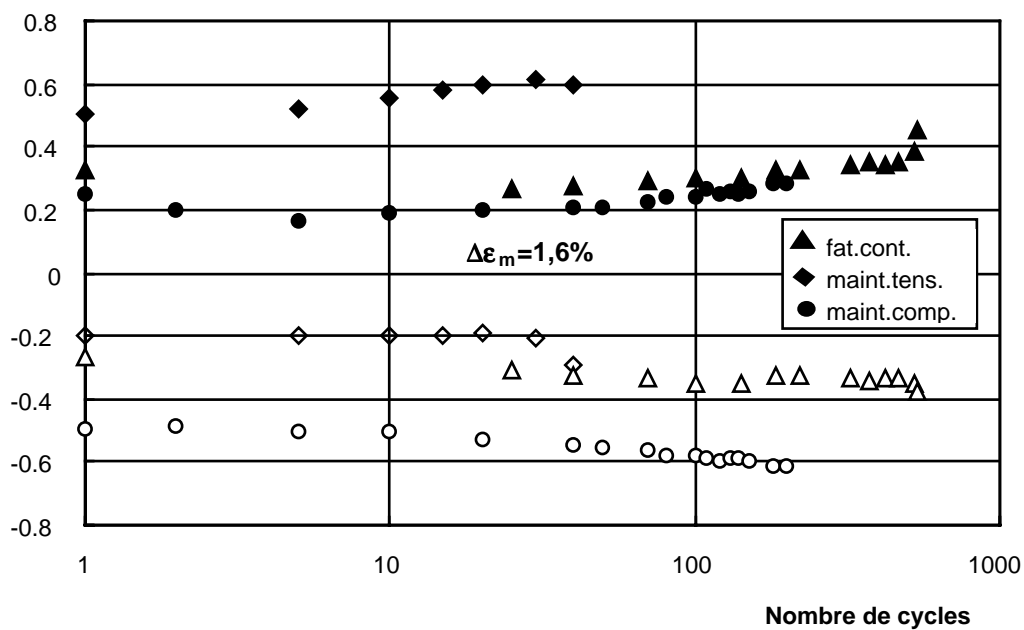
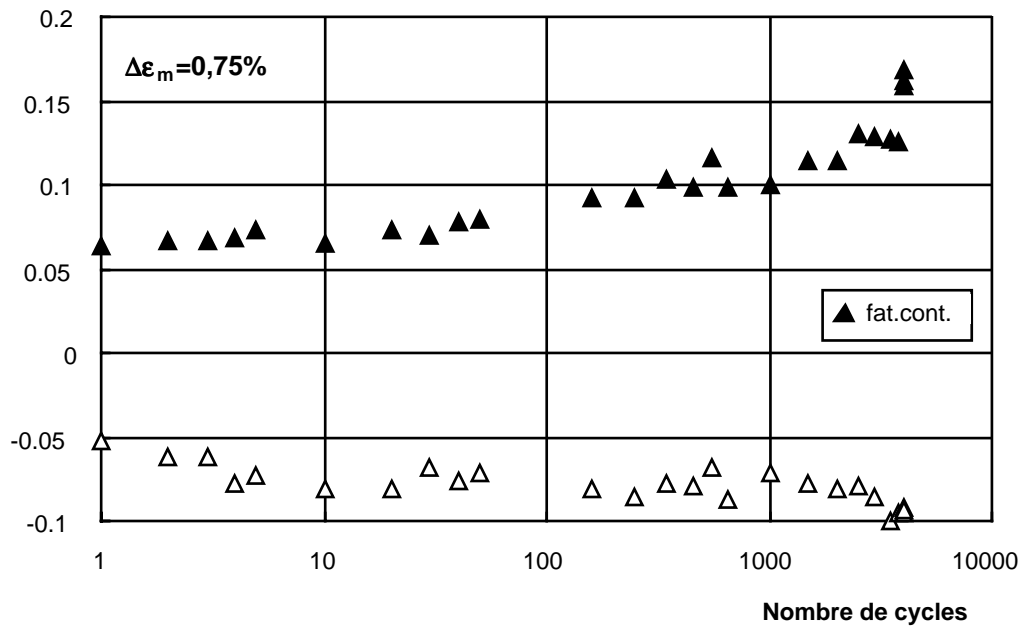
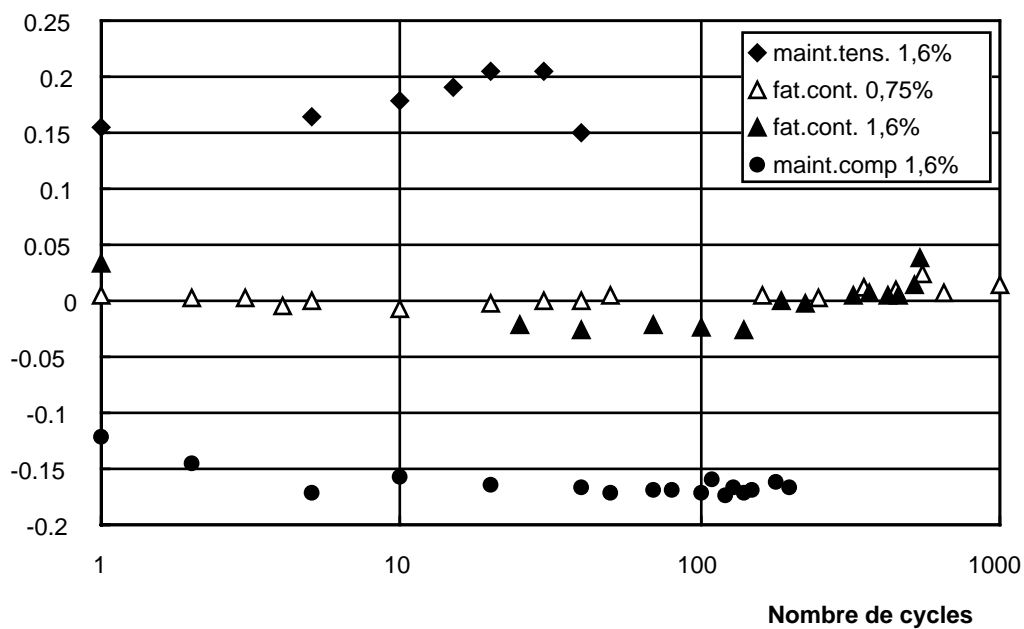


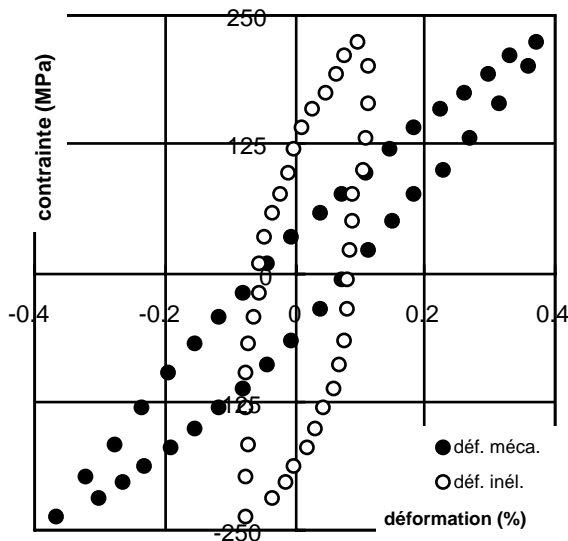
Figure IV.13: évolution des déformations inélastiques maximales (symboles pleins) et minimales (symboles évidés) lors des essais de durée de vie sous une amplitude de déformation mécanique de 1,6%.



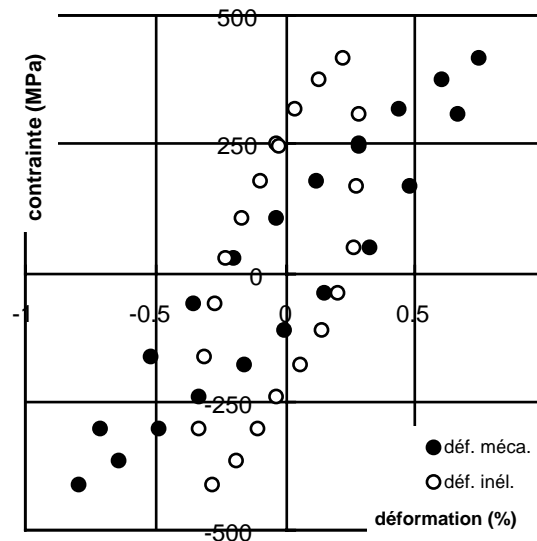
**Figure IV.14:** évolution des déformations inélastiques maximales (symboles pleins) et minimales (symboles évidés) lors de l'essai de durée de vie sous une amplitude de déformation mécanique de 0,75% en cycle triangle (T-C).



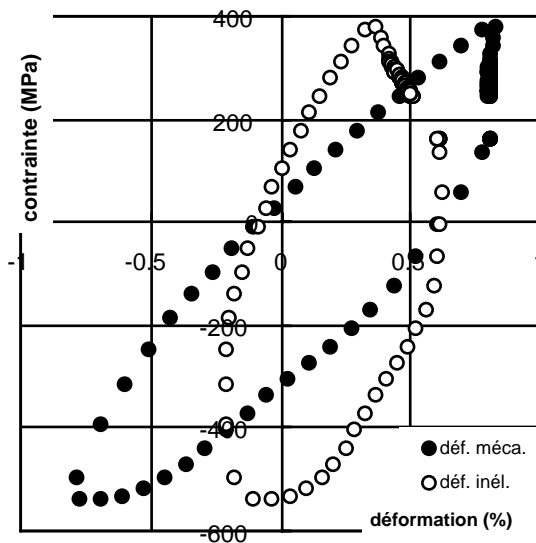
**Figure IV.15:** évolution de la déformation inélastique moyenne lors des essais de durée de vie.



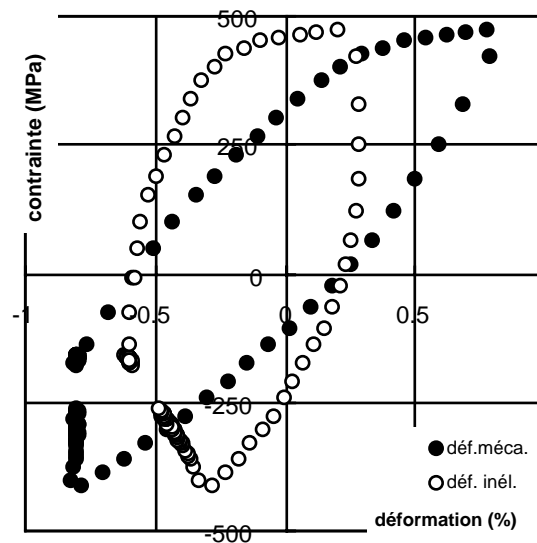
**Figure IV.16:** boucles stabilisées contrainte-déformation de l'éprouvette sollicitée en cycle triangle sous  $\Delta\epsilon_m = 0,75\%$ .



**Figure IV.17:** boucles stabilisées contrainte-déformation de l'éprouvette sollicitée en cycle triangle sous  $\Delta\epsilon_m = 1,6\%$ .



**Figure IV.18:** boucles stabilisées contrainte-déformation de l'éprouvette sollicitée en cycle maint.tens. sous  $\Delta\epsilon_m = 1,6\%$ .



**Figure IV.19:** boucles stabilisées contrainte-déformation de l'éprouvette sollicitée en cycle maint.comp. sous  $\Delta\epsilon_m = 1,6\%$ .

L'allure typique de l'évolution des déformations inélastiques est visible sur les figures IV.14 et IV.15. Ces déformations augmentent faiblement dans la première partie de l'essai et plus rapidement vers la fin, lorsque l'endommagement progresse considérablement. En comparant les valeurs extrêmes des déformations pour les trois formes de cycles conduits sous  $\Delta\epsilon_m = 1,6\%$ , on constate que lorsque la relaxation est effectuée en traction (cycle maint.tens.), les déformations de compression sont

confondues avec celles du cycle triangle (fat.cont.) tandis que les déformations de traction sont accrues. Le phénomène inverse est observé pour le cycle ‘maint.comp.’ en comparaison avec le cycle triangle.

Les boucles stabilisées contrainte-déformation mécanique et contrainte-déformation inélastique sont présentées de la figure IV.16 à IV.19. Ces boucles sont enregistrées dans la première partie de l’essai, lorsque les contraintes varient peu. L’allure des boucles est tout à fait typique d’un essai isotherme.

La figure IV.15 prouve la forte plasticité moyenne en traction créée par une relaxation en traction et la forte plasticité moyenne de compression dans le cas d’une relaxation en compression.

### **IV.3.3 Examen microstructural**

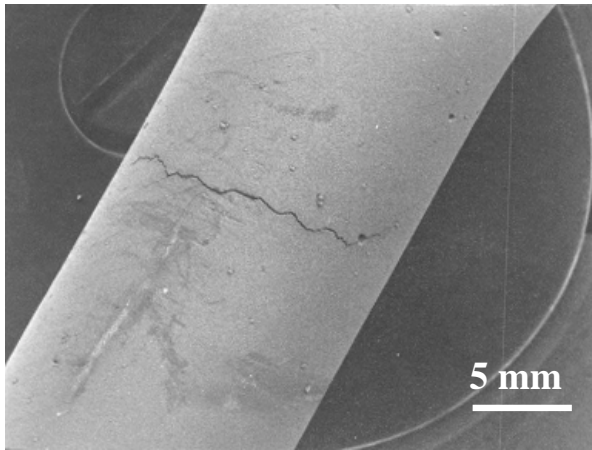
#### **IV.3.3.1. Allure extérieure des éprouvettes**

A l’issue des essais de durée de vie, la surface des éprouvettes ainsi que des coupes longitudinales ont été observées en microscopie électronique à balayage.

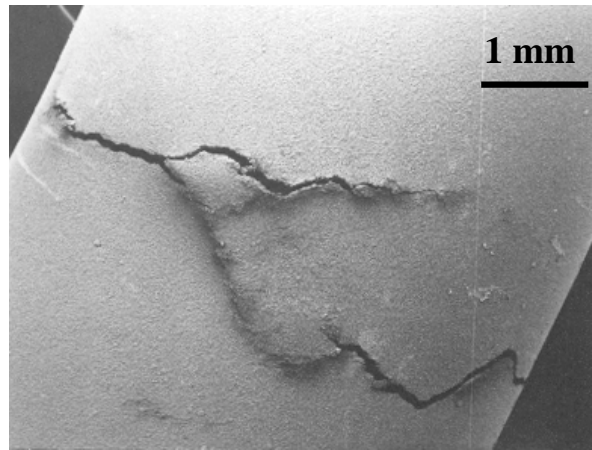
Les essais menés jusqu’à demi-durée de vie ont complété ces observations afin de dégager une tendance sur l’évolution de l’endommagement.

Aucune éprouvette ne s’est écaillée au cours de l’essai ou au refroidissement; d’ailleurs il n’est pas possible de savoir d’après les observations, si un mécanisme d’endommagement s’est produit pendant l’essai à 1100°C ou au refroidissement.

La surface observée (couche de céramique) peut présenter une ou plusieurs fissures macroscopiques ou un réseau de microfissures parallèles entre elles. En cycle triangle, à faible et forte amplitude de déformation mécanique, le fût comporte une grande fissure au milieu de la partie utile (Figures IV.20 et IV.21). A faible amplitude de déformation, la fissure visible sur la figure IV.20 est la seule sur tout le fût. Elle est assez rectiligne, sans ramifications. A forte amplitude de déformation, la fissure est très ramifiée et d’autres fissures secondaires sont observées de part et d’autre.



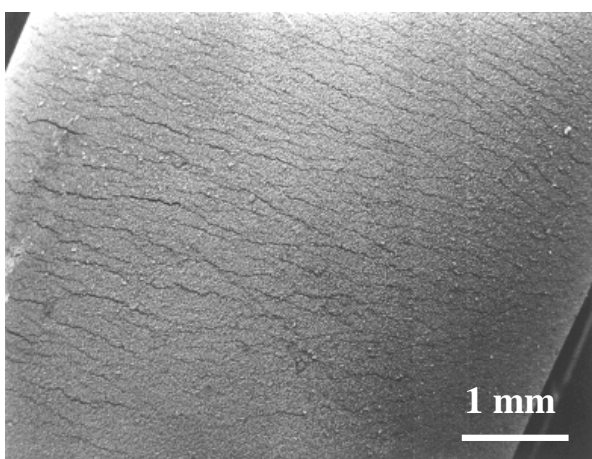
**Figure IV.20:** partie utile de l'éprouvette sollicitée en cycle triangle sous  $\Delta\epsilon_m = 0,75\%$



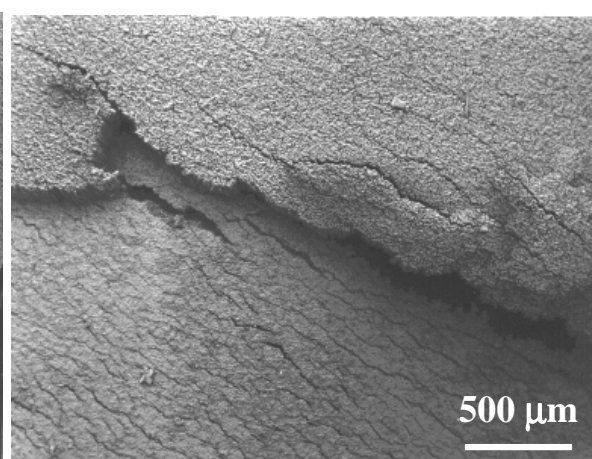
**Figure IV.21:** partie utile de l'éprouvette sollicitée en cycle triangle sous  $\Delta\epsilon_m = 1,6\%$

Lorsqu'un temps de maintien en traction ou en compression est ajouté au cycle triangle, le fût est parcouru par une multitude de petites fissures, parallèles entre elles et perpendiculaires à la direction de la charge, qui écartent les colonnettes de zircon sans les casser (Figures IV.22 et IV.23). En cycle 'maint.tens.', aucune fissure macroscopique ne débouche sur le fût, comme dans le cas du cycle triangle. Ceci n'est pas étonnant puisque la plus grande fissure qui a été observée sur les coupes ne débouche pas en surface (Figure IV.11,iii). L'augmentation rapide de la différence de potentiel mesurée en fin d'essai vient du développement de ces fissures incluses dans le substrat.

Le cas de l'éprouvette sollicitée par le cycle 'maint.comp.' (Figure IV.23) permet également de voir que ces multiples petites fissures s'étendent dans la sous-couche. En fait, c'est probablement la fissuration de la sous-couche qui entraîne une ouverture aussi conséquente des colonnes de zircon.



**Figure IV.22:** partie utile de l'éprouvette sollicitée en cycle maint.tens. sous  $\Delta\epsilon_m = 1,6\%$



**Figure IV.23:** partie utile, au droit de la rupture, de l'éprouvette sollicitée en cycle maint.comp. sous  $\Delta\epsilon_m = 1,6\%$

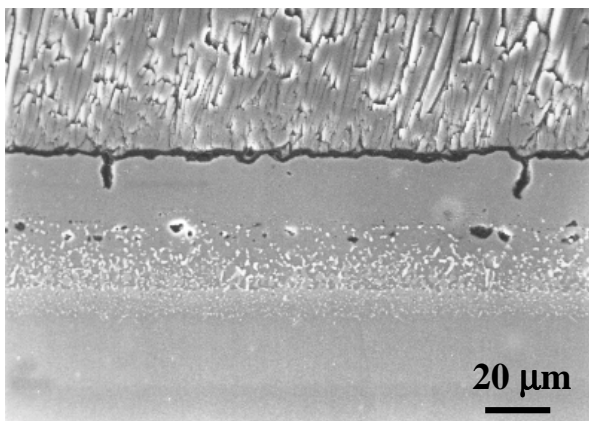


#### IV.3.3.2. Coupes longitudinales en cycle triangle

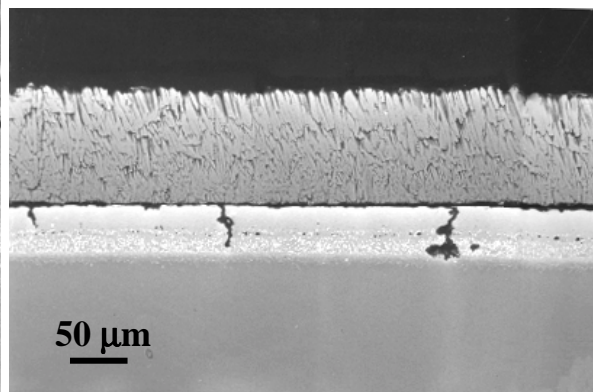
En cycle triangle et à faible amplitude de déformation mécanique (0,75%), la sous-couche commence à présenter des fissures transverses oxydées dès la demi-durée de vie (Figure IV.24) qui débute sur la couche d'alumine et se prolongent au plus jusqu'au début de la sous-couche interne. Lorsque la durée de vie est atteinte, certaines fissures se sont propagées jusqu'au substrat mais y pénètrent rarement (Figure IV.25). En effet, une seule fissure macroscopique avait été observée dans ce cas (Figures IV.11,i et IV.20). L'extension des fissures semblent plutôt avoir lieu dans une direction parallèle aux interfaces et par oxydation à l'interface sous-couche externe/sous-couche interne et dans la sous-couche interne.

A demi-durée de vie et toujours faible amplitude de déformation, la couche d'alumine est très ondulée et présente de nombreuses cavités à l'interface alumine/sous-couche (Figure IV.26). L'adhérence de l'alumine avec la sous-couche est maintenue dans les régions où la densité de cavités n'est pas trop importante comme c'est le cas de la figure IV.26. Cependant, la zone centrale de la partie utile comporte une densité de cavités si grande qu'elle finissent par être quasiment adjacentes. Cette zone centrale est délaminée sur une largeur de 5,245mm. L'allure de la zone délaminée est identique à l'allure de l'éprouvette sollicitée jusqu'à la durée de vie et qui est totalement délaminée (Figure IV.27).

A forte amplitude de déformation (1,6%), la fissuration transverse de la sous-couche ressemble à celle observée à faible amplitude de déformation mais l'extension de l'oxydation parallèlement aux interfaces est moins importante. En revanche de nombreuses fissures sont amorcées dans le substrat sur une porosité interdendritique. Le cas de la figure IV.28 montre une fissure amorcée dans le substrat mais près de la sous-couche, qui s'étend de part et d'autre dans une direction perpendiculaire à l'axe de sollicitation et qui interagit avec une fissure de la sous-couche. La figure IV.29 montre l'allure typique de la couche d'alumine. Des cavités peu denses se développent à l'interface alumine/sous-couche. Comme on peut le voir, la couche d'alumine est bien adhérente sur la sous-couche et aucun délaminage n'a été observé.

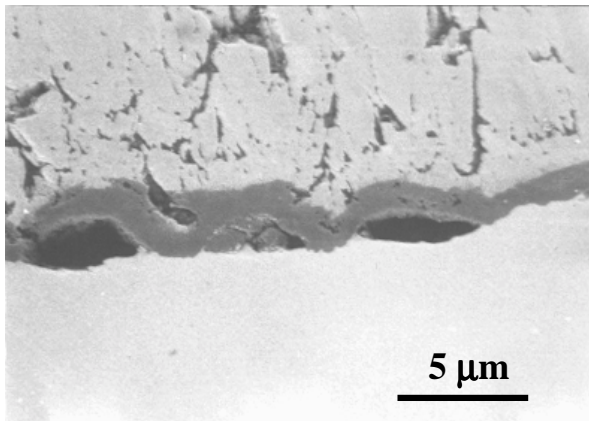


**Figure IV.24:** partie utile de l'éprouvette sollicitée en cycle triangle sous  $\Delta\epsilon_m = 0,75\%$  après l'essai conduit jusqu'à demi-

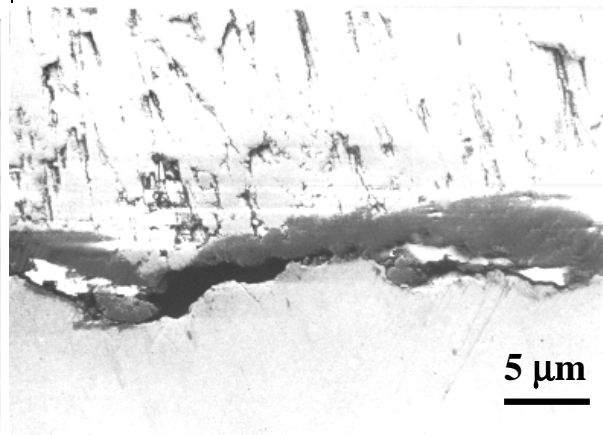


**Figure IV.25:** partie utile de l'éprouvette sollicitée en cycle triangle sous  $\Delta\epsilon_m = 0,75\%$  après l'essai de durée de vie.

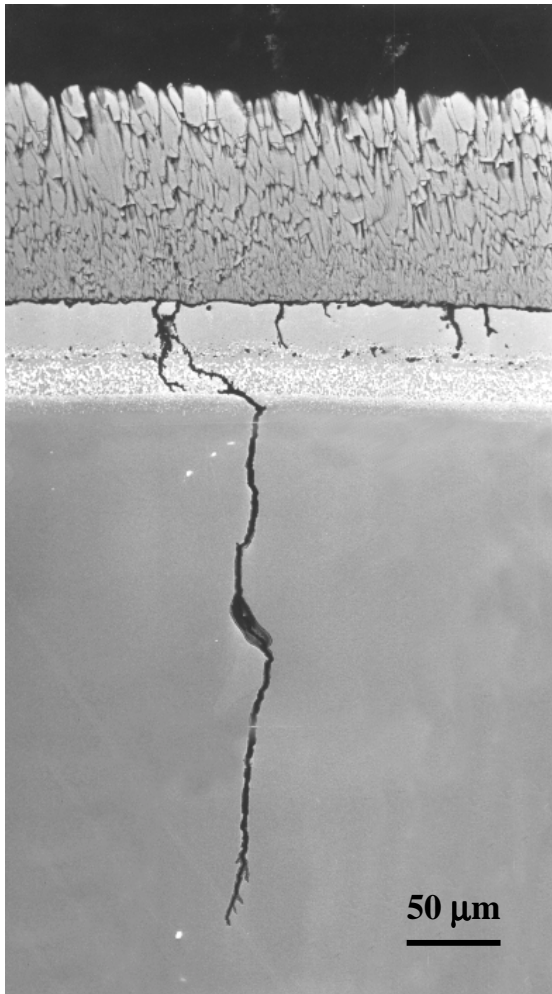
durée de vie.



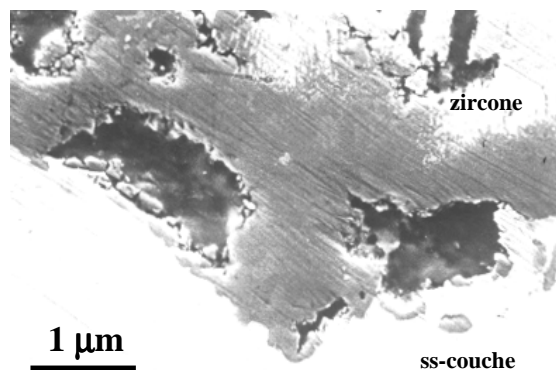
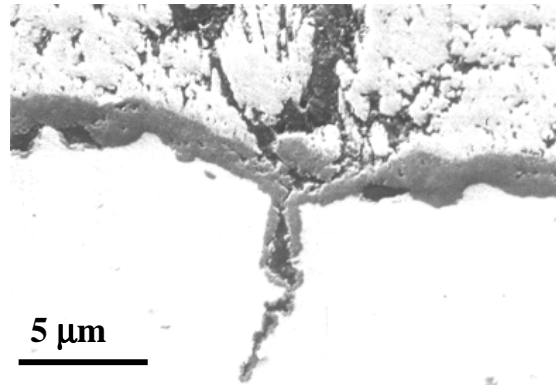
**Figure IV.26:** zone non délaminée de l'éprouvette sollicitée en cycle triangle sous  $\Delta\epsilon_m = 0,75\%$  après l'essai conduit à demi-durée de vie.



**Figure IV.27:** partie utile de l'éprouvette sollicitée en cycle triangle sous  $\Delta\epsilon_m = 0,75\%$ . Essai à durée de vie.



**Figure IV.28:** partie utile de l'éprouvette sollicitée en cycle triangle sous  $\Delta\epsilon_m = 1,6\%$ . Interaction entre une fissure amorcée sur une porosité du substrat et une fissure de la sous-couche. Essai à durée de vie



**Figure IV.29:** partie utile de l'éprouvette sollicitée en cycle triangle sous  $\Delta\epsilon_m = 1,6\%$ . Couche d'alumine non délaminée et cavités interfaciales. Essai à durée de vie.

*Synthèse:* En cycle triangle, la fissuration transverse de la sous-couche semble indépendante des fissures présentes dans le substrat qui sont amorcées sur des porosités interdendritiques. Il peut tout au plus exister une interaction entre les deux réseaux de fissures lorsque les fissures du substrat débouchent dans la sous-couche.

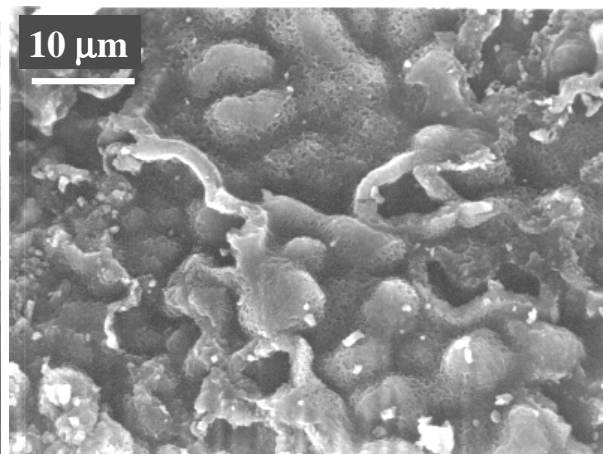
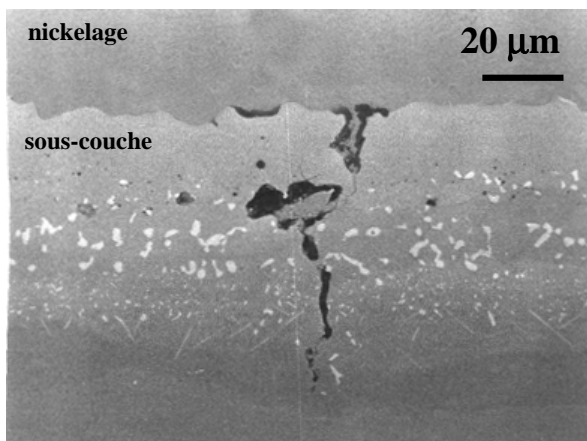
Des cavités se développent à l'interface alumine/sous-couche. Elle sont peu nombreuses à forte amplitude de déformation et aucun délaminage ne se produit dans ce cas. A faible amplitude de déformation, la densité de cavités peut devenir telle, à demi-durée de vie déjà, qu'elle conduit à un délaminage partiel de certaines zones. Lorsque la durée de vie est atteinte, les cavités sont devenues si nombreuses que toute la protection est délamainée.

La tenue de la protection au délaminage semble liée à la durée de l'essai puisqu'à forte amplitude de déformation, la durée de vie est plus courte ce qui conduit à une couche d'alumine moins épaisse et à une densité de cavités plus faible.

#### IV.3.3.3. Coupes longitudinales en cycle 'maint.tens.'

A faible amplitude de déformation mécanique (0,75%) un essai de durée de vie et un essai à demi-durée de vie ont été réalisés. La figure IV.30 montre la fissuration transverse de la sous-couche après l'essai de durée de vie. L'oxydation s'étend à l'interface entre la sous-couche externe et la sous-couche interne et les fissures commencent à pénétrer dans le substrat. Il existe souvent des fissures localisées dans la sous-couche externe et d'autres indépendantes, localisées dans la sous-couche interne qui s'étendent dans le substrat.

Contrairement à ce que laisse penser la figure IV.30, l'éprouvette n'était pas écaillée après l'essai. Le nickelage a été réalisé pour pouvoir polir l'éprouvette qui avait subi une erreur de manutention qui a conduit à l'écaillage. L'essai à demi-durée de vie permet d'affirmer que si l'écaillage s'est produit accidentellement, l'éprouvette de la figure IV.30 était toutefois déjà délamainée après l'essai puisqu'à demi-durée de vie, le délaminage est total, sans aucun écaillage. En regardant la face interne (côté sous-couche) de la protection qui a été recueillie après l'erreur de manutention (Figure IV.31), on observe une couche d'alumine très ondulée dont la surface de contact avec la sous-couche devait être extrêmement réduite.



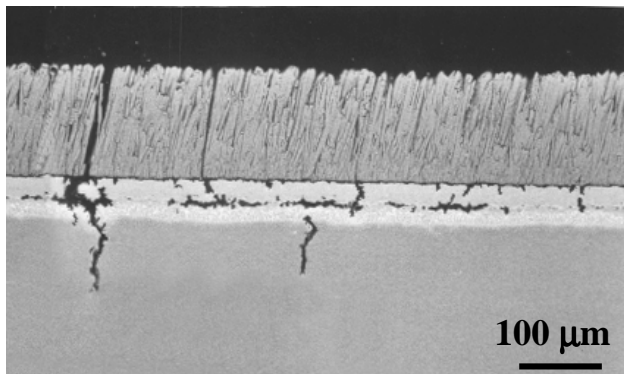
(L'éprouvette n'était pas écaillée après l'essai mais une faute de manutention a détaché la protection ce qui a conduit à nickeler l'éprouvette pour le polissage).

**Figure IV.30:** partie utile de l'éprouvette sollicitée en cycle | **Figure IV.31:** face interne de la protection après sollicitation

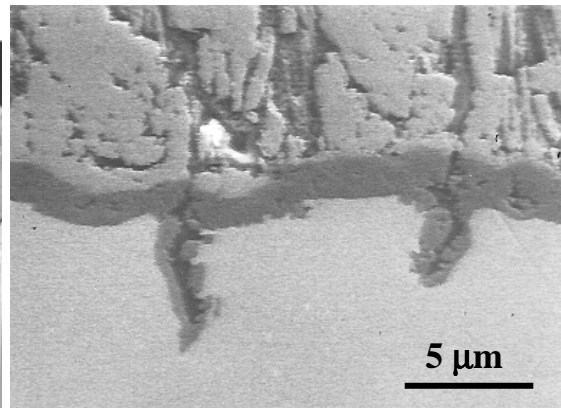


maint.tens. sous  $\Delta\epsilon_m = 0,75\%$ . Essai à durée de vie.

en cycle maint.tens. sous  $\Delta\epsilon_m = 0,75\%$ . Essai à durée de vie



**Figure IV.32:** partie utile de l'éprouvette sollicitée en cycle maint.tens. sous  $\Delta\epsilon_m = 1,6\%$ . Essai à durée de vie.



**Figure IV.33:** partie utile de l'éprouvette sollicitée en cycle maint.tens. sous  $\Delta\epsilon_m = 1,6\%$ . Couche d'alumine non délaminée. Essai à durée de vie.

A forte amplitude de déformation mécanique (1,6%), l'endommagement de la sous-couche est très marqué (Figure IV.32). Des fissures transverses sont localisées dans la sous-couche externe et s'étendent à l'interface avec la sous-couche interne. Elles ne se prolongent que très rarement dans la sous-couche interne. D'autres fissures sont localisées dans la sous-couche interne et se prolongent dans le substrat. Malgré cette très forte dégradation, aucun écaillage n'a été observé (Figure IV.33), même au droit des fissures les plus ouvertes.

*Synthèse:* En cycle maintien en tension (maint.tens.), la formation de cavités interfaciales n'a pas été mise en évidence. Cependant, à faible amplitude de déformation et donc pour des temps passés à 1100°C importants, l'éprouvette est déjà totalement délaminée, même à demi-durée de vie. La forte ondulation de la couche d'alumine peut provenir de la présence de cavités qui sont devenues très nombreuses. A forte amplitude de déformation, l'essai est très court et les cavités n'ont pas le temps de coalescer. Ainsi, aucun délaminage ne se produit. En revanche la sous-couche est fortement dégradée et le substrat s'en trouve affecté. La durée de vie de l'éprouvette (qui est en fait un critère d'endommagement du substrat) est très faible car, contrairement au cycle triangle, la fissuration inhérente au substrat (visible figure IV.11) s'accompagne de la fissuration induite par la dégradation de la sous-couche.

#### IV.3.3.4. Coupes longitudinales en cycle 'maint.comp.'

Le cas du cycle 'maint.comp.' sera traité plus succinctement car nous ne disposons pas d'un ensemble d'essais suffisamment représentatif.

La photographie de gauche de la figure IV.34 présente le faciès de rupture de l'éprouvette sollicitée à forte amplitude de déformation mécanique (1,6%). Le critère définissant la durée de vie n'a pas été atteint lorsque la rupture s'est produite.

La fractographie comporte deux domaines. Une zone très accidentée (en termes aéronautiques, entre 2 heures et 8 heures) et une zone plus lisse. La zone accidentée résulte de l'endommagement de l'éprouvette pendant la sollicitation cyclique. Lorsque le ligament non endommagé a été suffisamment faible, la rupture finale a eu lieu brusquement conduisant au faciès cristallographique. Aucun site d'amorçage n'a pu être identifié.

Les agrandissements de la zone accidentée (au bas de la figure IV.34) et de la zone cristallographique (en haut) montrent un écaillage de la céramique dans la zone cristallographique tandis que le plan de rupture de la céramique est confondu avec le plan de rupture du substrat en relief accidenté. L'écaillage s'est probablement produit par arrachement brutal lors de la rupture finale tandis que du côté accidenté, la décohésion des colonnes de céramique a eu lieu plus progressivement à cause de la progression de l'endommagement du substrat en fatigue.

Cependant, il est possible d'affirmer que la protection est totalement délaminée à l'interface alumine/sous-couche comme c'est également le cas dans l'essai mené jusqu'à la demi-durée de vie.

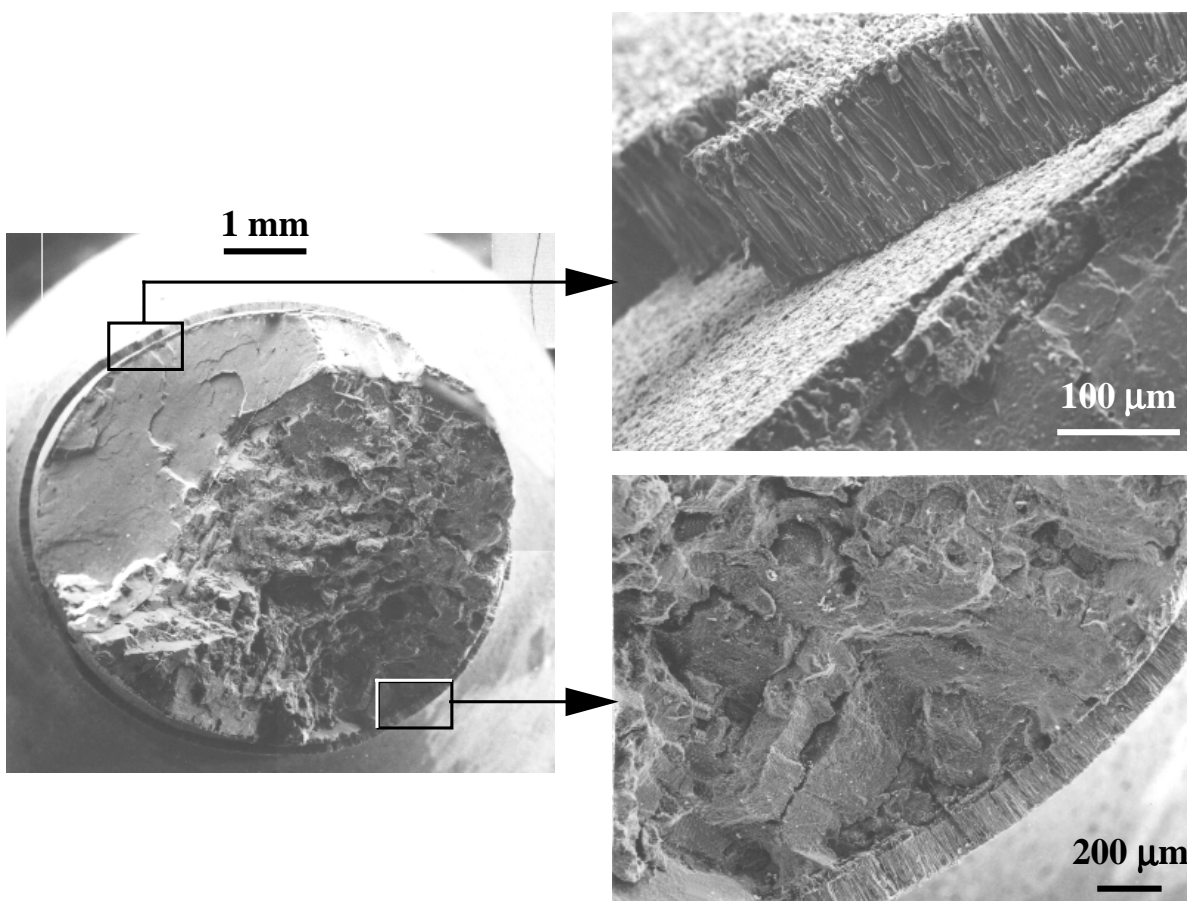


Figure IV.34: faciès de rupture de l'éprouvette sollicitée en cycle maint.comp. sous  $\Delta\epsilon_m = 1,6\%$  après l'essai de durée de vie.

#### IV.3.3.5. Influence de la protection et du type de cycle sur la coalescence des $\gamma'$

La coalescence des précipités  $\gamma'$  dans la matrice  $\gamma$  du substrat a été introduite au paragraphe I.2.1.4. Pineau (1976) établit un modèle en élasticité qui s'appuie sur la théorie des inclusions d'Eshelby (1961). Trois formes de précipités sont envisagées, la sphère, l'ellipsoïde aplati perpendiculairement à la contrainte et l'ellipsoïde allongé dans le sens de la contrainte. Les domaines de stabilité peuvent être représentés dans un graphe  $(E_{\gamma'}/E_{\gamma}, \frac{\sigma}{\delta E_{\gamma}})$  où  $E_i$  est le module d'élasticité de la phase  $i$  et  $\delta$  est le désaccord paramétrique. Dans le cas de l'AM1 où  $E_{\gamma'} < E_{\gamma}$  et  $\delta < 0$ , le modèle prévoit une coalescence parallèle à la direction de la charge (type P) lorsque la sollicitation est en tension, une coalescence normale (type N) lorsque la contrainte est en compression jusqu'à une valeur critique au-delà de laquelle on retrouve une coalescence sphérique puis de type P.

Carry, Houis et Strudel (1981) retrouvent les résultats de Pineau (1976) par un modèle faisant intervenir la plasticité de la matrice. Le déplacement des dislocations a lieu par glissement dans la matrice et par montée dans l'interface  $\gamma/\gamma'$ .

Les modèles peuvent être grossièrement résumés par la figure IV.35 établie dans le cas où le module d'élasticité de la phase  $\gamma'$  est supérieur au module d'élasticité de  $\gamma$ .

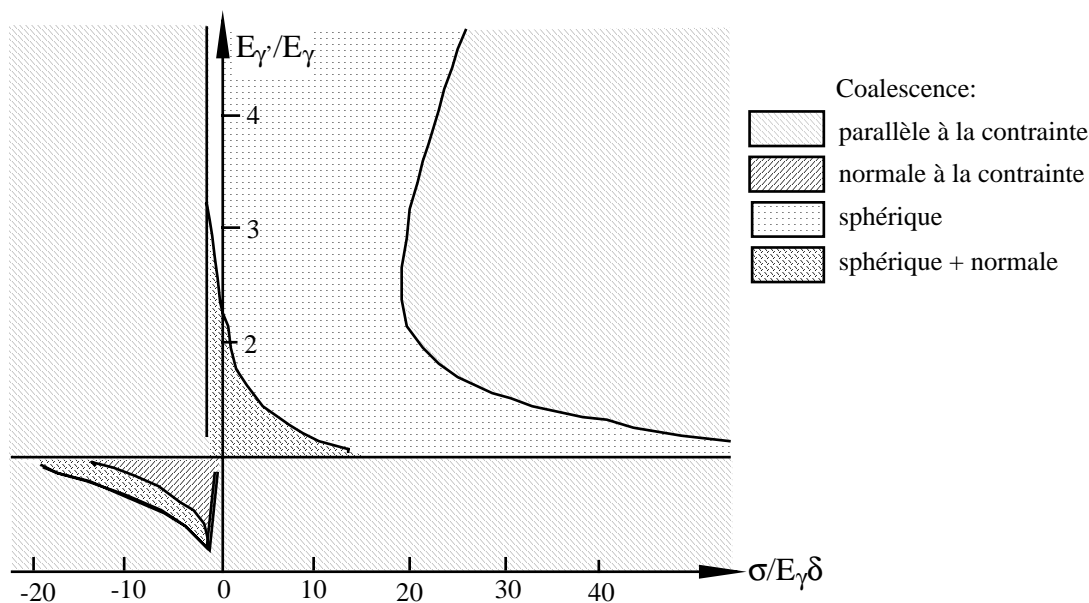


Figure IV.35: directions de coalescence obtenus en fonction du signe de  $\sigma/\delta$ . D'après Pineau (1976).

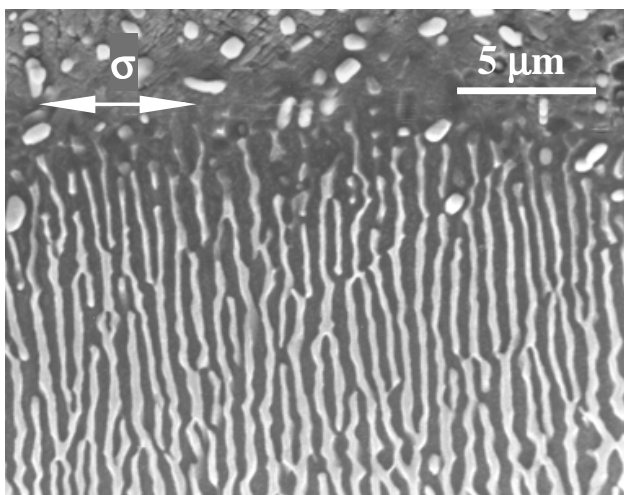
D'après ces prévisions théoriques, le résultat peut être déduit en cycle triangle sur l'AM1 nu en étudiant l'évolution de la contrainte moyenne au cours des essais. La figure IV.12 présente l'évolution de la contrainte moyenne au cours des essais de durée de vie réalisés sur la barrière thermique selon les trois cycles fatigue continue, 'maint.tens.' et 'maint.comp.' Ces contraintes sont des contraintes macroscopiques présentes dans le substrat. La contrainte moyenne devient faiblement négative au cours des essais en cycle triangle pour atteindre -20MPa environ. Dans ce cas, le coalescence serait orientée parallèlement à la direction de la charge.

La coalescence de l'AM1 nu sollicité selon le cycle 'maint.tens.' serait perpendiculaire à la direction de la charge (type N) puisque la contrainte moyenne est négative. Avec le cycle 'maint.comp.', la coalescence serait parallèle à la direction de la charge (type P).

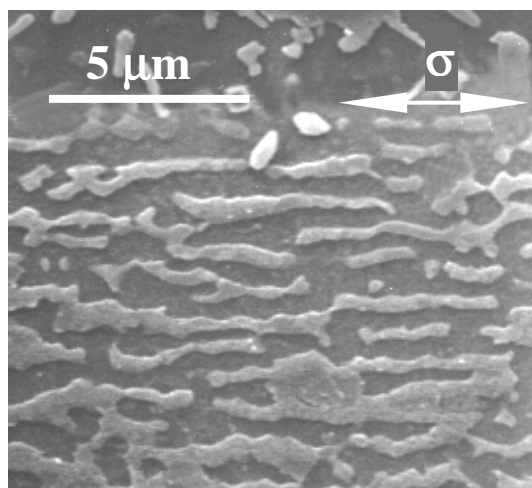
En présence d'une barrière thermique, les cas observés à l'issue des essais sont présentés en figures IV.36 à IV.38.

Lorsqu'un temps de maintien en traction (cycle 'maint.tens.') ou en compression (cycle 'maint.comp.') est introduit dans le cycle, la direction de coalescence est uniforme dans tout le substrat, depuis la peau jusqu'au coeur. La figure IV.36 montre la coalescence qui s'oriente perpendiculairement à la direction de la charge dans le cas du cycle 'maint.tens.' et parallèlement à la charge avec le cycle 'maint.comp.' (Figure IV.37). Les directions de coalescence, visibles en peau sur ces deux figures, se répètent dans toute la section. La barrière thermique ne modifie donc pas les directions de coalescence.

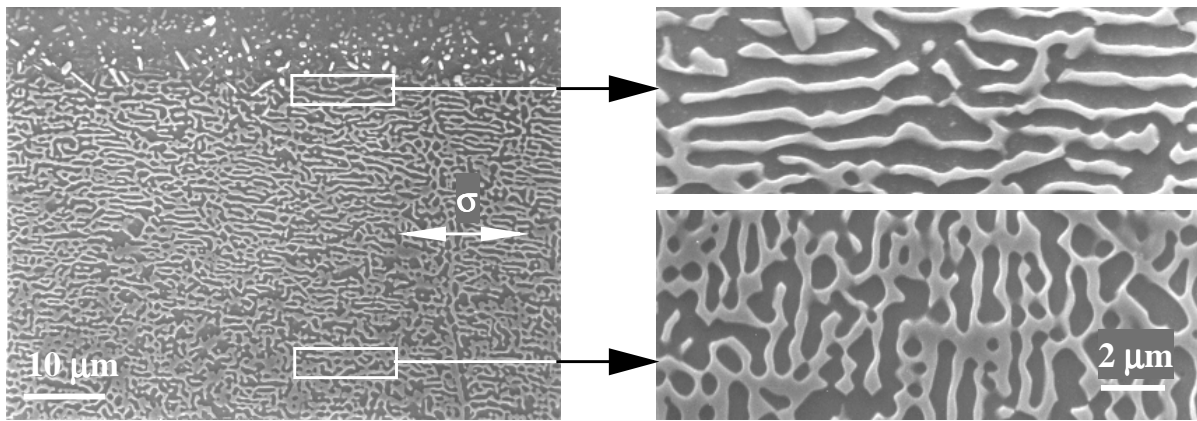
En cycle triangle la direction de coalescence s'inverse entre le coeur du substrat et la peau, proche de la sous-couche. La figure IV.38 montre que la mise en radeaux selon la direction de la charge, affecte la peau du substrat sur une faible profondeur d'environ 20 $\mu$ m. Plus à coeur, la coalescence s'oriente perpendiculairement à la direction de la charge mais la tendance est moins marquée qu'en peau. La frontière entre les deux zones se situe environ au niveau de la double flèche horizontale qui indique la direction de la charge.



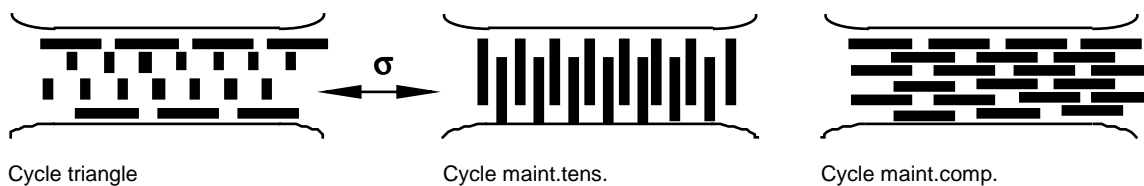
**Figure IV.36:** coalescence des précipités  $\gamma'$  dans le substrat de l'éprouvette sollicitée en cycle maint.tens. sous  $\Delta\epsilon_m = 1,6\%$  jusqu'à la durée de vie. Coupe attaquée à l'eau régale: 66% vol. acide chlorhydrique, 33% vol. acide nitrique.



**Figure IV.37:** coalescence des précipités  $\gamma'$  dans le substrat de l'éprouvette sollicitée en cycle maint.comp. sous  $\Delta\epsilon_m = 1,6\%$  jusqu'à la durée de vie. Coupe attaquée à l'eau régale: 66% vol. acide chlorhydrique, 33% vol. acide nitrique.



**Figure IV.38:** coalescence des précipités  $\gamma'$  dans le substrat de l'éprouvette sollicitée en cycle triangle sous  $\Delta\epsilon_m=1,6\%$  jusqu'à la durée de vie. Coupe attaquée à l'eau régale: 66% vol. acide chlorhydrique, 33% vol. acide nitrique.



**Figure IV.39:** différents schémas de coalescence observés en présence d'une barrière thermique.

La figure IV.39 résume les trois cas observés. En cycle triangle, les radeaux sont faiblement coalescés à coeur de l'éprouvette dans une direction perpendiculaire à la charge, ce qui résulte de la contrainte moyenne faiblement négative. L'inversion de la coalescence dans la zone superficielle du substrat en cycle triangle résulte de l'interdiffusion des éléments de l'alliage et du ciment lors de l'élaboration de la protection.

Il est probable que l'aluminium soit principalement en cause puisque l'aluminisation qui permet d'élaborer la sous-couche conduit à une augmentation du dopage de la zone superficielle du substrat en cet élément. Le profil effectué à la microsonde de Castaing sur l'AM1 revêtu par la barrière thermique, au paragraphe I.3.2.1 figure I.18, confirme cette hypothèse: sur cette figure, l'interface AM1/sous-couche se situe à la cote de 60µm, où la teneur massique en aluminium est de 10%. La teneur en aluminium semble se stabiliser à la cote de 80µm environ à la teneur de 5%, ce qui est la concentration présente dans l'AM1 massif (tableau I.1). La taille de la zone affectée par cette variation de concentration est de l'ordre de 20µm, tout comme la taille de la zone dans laquelle la coalescence est inversée.

De plus, Fredholm (1987) indique que de faibles variations de la teneur en aluminium dans les superalliages base nickel peuvent entraîner de fortes variations d'écart paramétrique. Ainsi, lorsque l'aluminisation double la teneur superficielle en aluminium du substrat (dont la composition s'écarte alors de celle de l'AM1) le désaccord paramétrique s'en trouve modifié. Le même auteur précise que l'aluminium ségrège vers la phase  $\gamma'$ . Ainsi, le paramètre de maille de cette phase augmente et peut conduire à l'inversion du signe du désaccord paramétrique et donc du terme  $\frac{\sigma}{\delta E_\gamma}$ . La coalescence s'oriente alors parallèlement à la charge (figure IV.35).



En cycle 'maint.comp.', le coeur de l'éprouvette suit le même comportement que le matériau nu. On se trouve dans le domaine 1 de la figure IV.35. En peau, avec une contrainte moyenne positive et un désaccord paramétrique faiblement positif, il est possible de passer dans le domaine 5 de la figure IV.35 ce qui donne à nouveau une coalescence de type P.

Lorsqu'une relaxation en tension intervient (cycle 'maint. tens.') la contrainte moyenne en peau est négative et le désaccord paramétrique est positif. On peut se trouver dans le domaine 2 de la figure IV.35 tandis que le coeur du substrat se trouve dans le domaine 3.

#### **IV.3.4. Analyse quantitative**

##### **IV.3.4.1. Epaisseur d'alumine**

Les observations microstructurales ont montré que les éprouvettes sollicitées à forte amplitude de déformation (1,6%) en cycle triangle et 'maint.tens.' ne présentent aucun délaminage, même à demi durée de vie. En revanche, à faible amplitude de déformation (0,75%), tous les essais de durée de vie ont conduit au délaminage et à demi-durée de vie, un délaminage total a été obtenu en cycle 'maint.tens.' et un délaminage partiel en cycle triangle.

Nous avons examiné les distributions d'épaisseur de la couche d'alumine formée pendant la sollicitation, afin de déterminer s'il existe un couplage oxydation-déformation d'une part et une corrélation entre l'épaisseur d'alumine et le délaminage d'autre part.

Les épaisseurs d'alumine ont été mesurées sur chaque éprouvette selon la procédure décrite au paragraphe I.3.1.3.

Les valeurs caractéristiques des distributions sont reportées dans le tableau IV.2 et les histogrammes figurent en annexe 2.

L'éprouvette référencée LCF09, sollicitée en cycle triangle à faible amplitude de déformation est partiellement délaminée. Les épaisseurs d'alumine ont été mesurées dans les deux zones. Une statistique faite sur toute la partie utile, sans distinction de zones a également été réalisée. L'épaisseur d'alumine moyenne est beaucoup plus importante en zone non délaminée, ce qui pourrait supposer que le délaminage provoque une perte d'alumine en certains endroits. La différence pourrait aussi être imputée aux mesures qui sont plus difficiles à réaliser lorsque l'éprouvette est délaminée car la localisation du bord de la couche d'alumine, côté sous-couche, est plus imprécise.

Quelle que soit la cause de cette diminution d'épaisseur, les mesures présentées pour des éprouvettes délaminées devront être interprétées avec précaution et ne représentent en toute rigueur qu'une borne inférieure de la valeur réelle.

Dans les graphes qui suivent, les valeurs relatives à des éprouvettes délaminées seront distinguées par des symboles évidés, les autres valeurs apparaissent en symboles pleins.

En cycle 'maint.comp.', nous n'avons pas étudié la distribution d'épaisseurs d'alumine de l'éprouvette ayant subi l'essai de durée de vie car la partie utile était trop dégradée en raison de la rupture.

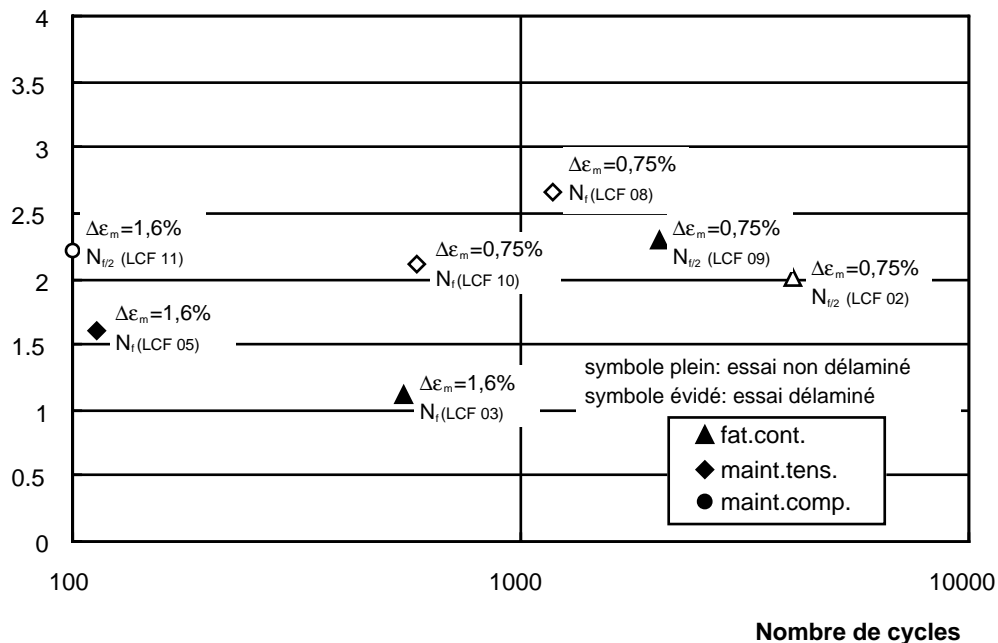
Réf.	type de cycle	nbre de cycles	$\Delta\epsilon_m$ (%)	$\bar{e}$ ( $\mu\text{m}$ )	$e_{90\%}$ ( $\mu\text{m}$ )	$\sqrt{\sigma^2}$ ( $\mu\text{m}$ )	Min ( $\mu\text{m}$ )	Max ( $\mu\text{m}$ )	nbre de mesures
LCF02	fat.cont.	4063	0,75	2,03	1,75	1,19	0,41	8,07	207
LCF09 <sup>(1)</sup>	fat.cont.	2032	0,75	2,31	2,19	0,78	0,72	4,91	193
LCF09 <sup>(2)</sup>	fat.cont.	2032	0,75	1,71	1,67	0,46	0,82	2,63	187
LCF09 <sup>(3)</sup>	fat.cont.	2032	0,75	2,14	2,04	0,75	0,72	4,91	380
LCF03	fat.cont.	550	1,6	1,15	1,11	0,43	0,45	2,81	192
LCF08	mt.tens.	1176	0,75	2,67	2,61	0,71	1,14	4,66	49
LCF10	mt.tens.	582	0,75	2,13	1,82	1,03	0,41	5,48	84
LCF05	mt.tens.	113	1,6	1,63	1,56	0,53	0,8	4,12	107
LCF11	mt.comp.	100	1,6	2,23	2,13	0,87	0,38	4,69	202

(<sup>1</sup>): zone non délaminee; (<sup>2</sup>): zone délaminee; (<sup>3</sup>): les deux zones confondues.

fat.cont.: cycle triangle; mt.tens.: cycle maintien extension; mt.comp.: cycle maintien encompression.

**Tableau IV.2:** valeurs caractéristiques des distributions d'épaisseur d'alumine en fatigue oligocyclique isotherme.

La figure IV.40 présente l'épaisseur moyenne d'alumine en fonction du nombre de cycles de fatigue pour les trois formes de cycles. Les épaisseurs d'alumine formées par une sollicitation qui inclut un maintien en traction ou en compression sont assurément plus importantes qu'en cycle triangle, même pour les essais conduisant au délamination. En fait, la logique de disposition des points sur ce graphe semble davantage liée à la durée de l'essai qu'au nombre de cycles réalisés.



**Figure IV.40:** épaisseur moyenne de la couche d'alumine en fonction du nombre de cycles de fatigue oligocyclique isotherme. (La valeur relative à l'essai LCF09,  $\Delta\epsilon_m = 0,75\%$ ,  $N_{I/2}$ , est mesurée en zone non délaminee)

En reportant les valeurs des épaisseurs moyennes d'alumine en fonction du temps de l'essai (Figure IV.41), c'est à dire le temps pendant lequel l'éprouvette a subi une oxydation à 1100°C couplée à la sollicitation mécanique, on met en évidence la différence entre l'oxydation statique et

l'oxydation couplée. Les épaisseurs d'alumine mesurées en oxydation statique sont issues des résultats présentés dans le tableau I.4 du paragraphe I.3.1.3. Toutes les éprouvettes non délaminées présentent une épaisseur d'alumine plus importante en fatigue oligocyclique qu'en oxydation statique.

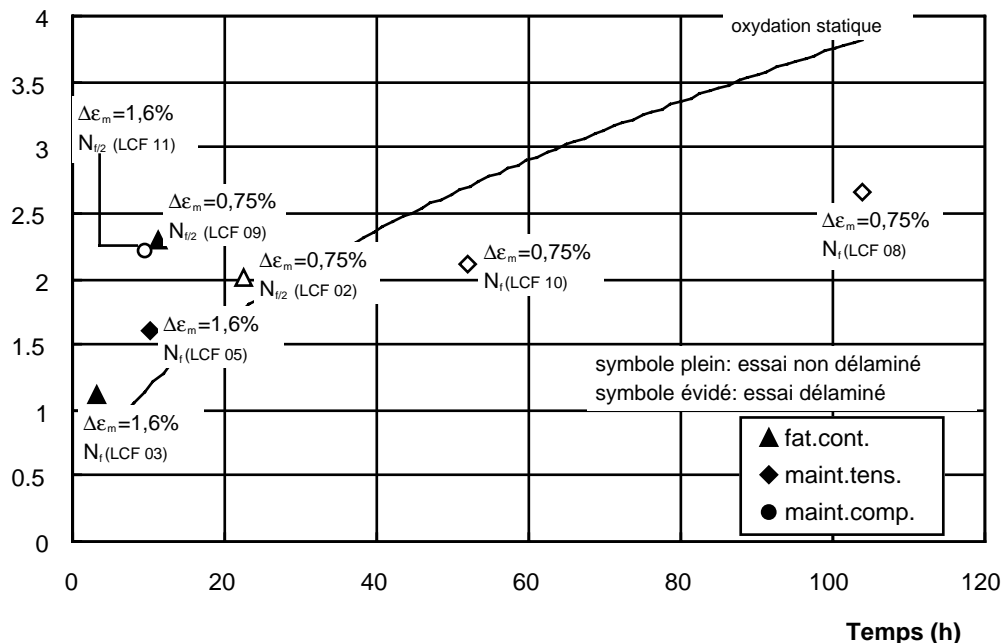
Deux causes peuvent être à l'origine de l'augmentation de l'épaisseur d'alumine en fatigue oligocyclique isotherme:

1- le couplage oxydation-déformation qui peut se manifester par une accélération de la cinétique de diffusion des espèces chimiques ou par des phénomènes de réinitialisation de la cinétique par des ruptures successives de la couche d'alumine en cours de formation: Ward, Hockenhull et Hancock (1974), par Hancock et Nicholls (1988) ainsi que Réger, Rémy (1988).

2- l'effet du rayon de courbure du fût cylindrique de l'éprouvette de fatigue ( $R=3\text{mm}$ ) par rapport au substrat plan utilisé pour les mesures d'oxydation isotherme. Le rayon de courbure induit des contraintes locales qui peuvent également influencer sur les cinétiques de diffusion des éléments. Cet effet a déjà été mis en évidence au paragraphe III.3.4.3.

Le calcul de l'état de contrainte dans les couches au chapitre V et la comparaison des résultats de fatigue oligocyclique nous permettra de conclure.

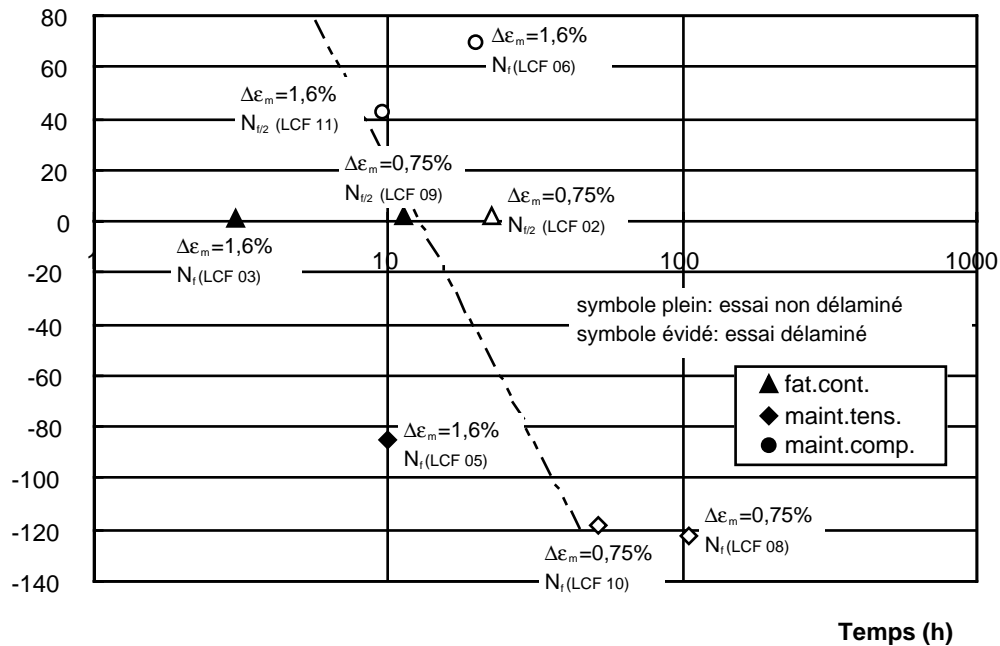
Enfin, il n'existe pas de corrélation entre l'apparition du délaminage et le nombre de cycles, pas plus qu'avec le temps passé à  $1100^\circ\text{C}$ . Outre la croissance de la couche d'alumine, d'autres mécanismes doivent certainement être invoqués.



**Figure IV.41:** épaisseur moyenne de la couche d'alumine en fonction du temps passé à  $1100^\circ\text{C}$  par l'éprouvette. (La valeur relative à l'essai LCF09,  $\Delta\epsilon_m = 0,75\%$ ,  $N_{i/2}$ , est mesurée en zone non délaminée)

La variation de la contrainte moyenne en fonction du temps de l'essai a été reportée sur la figure IV.42. Dans cette représentation, il est possible de distinguer deux domaines dont la frontière

pourrait désigner l'apparition du délaminage. Le délaminage pourrait être gouverné par la contrainte moyenne de l'essai.



**Figure IV.42:** contrainte moyenne subie par l'éprouvette pendant la phase stabilisée en fonction du temps passé à 1100°C. (La valeur relative à l'essai LCF09,  $\Delta\epsilon_m = 0,75\%$ ,  $N_{I/2}$ , est mesurée en zone non délaminée)

#### IV.3.4.2. Cavités interfaciales

Les éprouvettes ayant subi des essais de fatigue oligocyclique isotherme avec temps de maintien en traction ou en compression ne laissent pas apparaître de cavités à l'interface alumine/sous-couche, même lorsqu'elles ne sont pas délaminées et où il est alors facile de les visualiser.

En revanche, en fatigue continue, les éprouvettes non délaminées (essais de durée de vie à  $\Delta\epsilon_m = 1,6\%$  sur LCF03 et essais à demi durée de vie sous  $\Delta\epsilon_m = 0,75\%$  sur LCF09) présentent une interface dont l'allure est représentée respectivement en figure IV.29 et en figure IV.26. Lorsque l'essai conduit à 0,75% d'amplitude de déformation mécanique est mené jusqu'à la durée de vie, l'éprouvette est délaminée (figure IV.27). Ces trois conditions sont intéressantes à étudier pour mettre en évidence un rôle éventuel des cavités sur l'apparition du délaminage.

Les distributions de largeur curviligne des cavités et la densité de cavités ont donc été étudiées sur les deux éprouvettes non délaminées testées en cycles triangle. Ces deux paramètres ont été définis au paragraphe III.3.4.1.

Les histogrammes des distributions sont présentés dans l'annexe 2 et leur valeurs caractéristiques sont reportées ci-dessous, dans le tableau IV.3. Le tableau IV.4 indique les valeurs de densité de cavités et de fraction linéique de cavités.

D'après les valeurs contenues dans ces deux tableaux, la relation donnée par l'expression suivante est approximativement vérifiée:

$$fL = \bar{\ell}N$$

IV.2

où  $f$  est la fraction linéique de cavités;

$L$  est la longueur de mesure;

$\bar{\ell}$  est la largeur moyenne des cavités;

$N$  est le nombre de cavités contenues dans la longueur  $L$ .

Cela indique qu'il n'y a pas, voire très peu de coalescence de cavités.

Sur la figure IV.43, la fraction linéique de cavités est comparée avec les fractions linéiques mesurées au milieu des éprouvettes AG2C (chapitre III) et avec la fraction linéique mesurée sur l'échantillon plan ayant subi 64h d'oxydation statique en fonction du temps passé à 1100°C en oxydation statique ou couplée. Le rayon de courbure du fût de l'éprouvette de fatigue oligocyclique isotherme et celui du milieu de l'éprouvette AG2C sont identiques.

En l'absence de sollicitation mécanique, la présence d'un rayon de courbure convexe (section transversale) et d'un rayon concave (génératrice) conduit à une augmentation considérable de la fraction linéique de cavités (différence entre échantillons plans et éprouvettes AG2C).

Les éprouvettes de fatigue continue présentent une fraction linéique de cavités plus importante que les échantillons plans. L'influence du rayon de courbure du fût de l'éprouvette combiné à la sollicitation mécanique conduit à cette évolution.

Enfin lorsque le rayon de courbure convexe reste identique (éprouvettes AG2C et éprouvettes de fatigue) la sollicitation mécanique et la suppression du rayon de courbure concave réduit la fraction linéique de cavités.

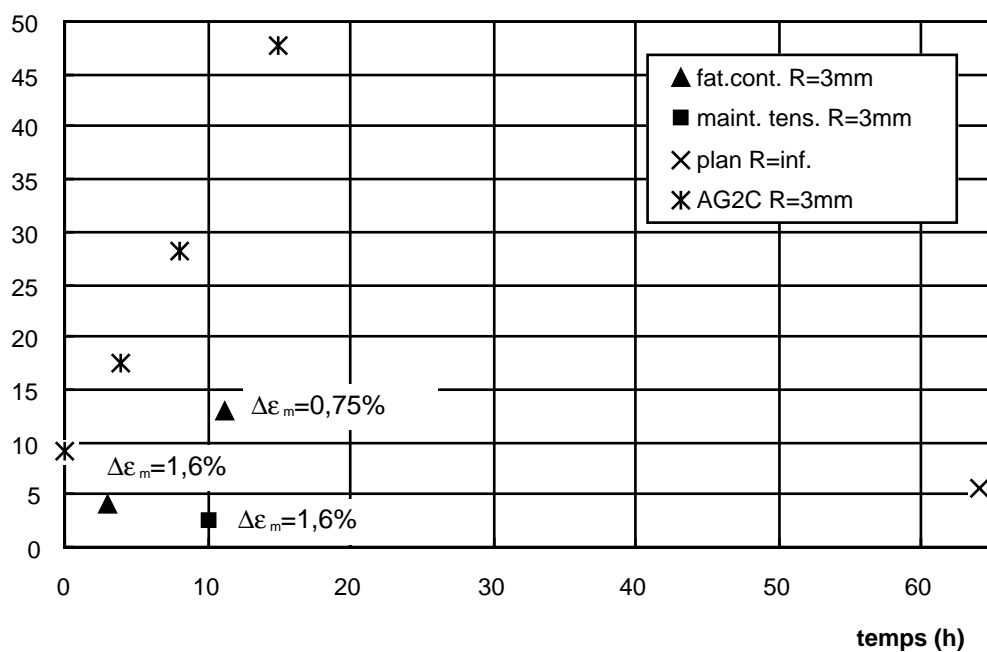
Ces constatations montrent que les rayons de courbures convexes et concaves sont des facteurs qui semblent influencer sur la fraction linéique de cavités de manière plus importante que la sollicitation mécanique qui semble être un facteur défavorisant à la formation de cavités.

Réf.	nbre de cycles	durée de l'essai (h)	$\Delta\varepsilon_m$ (%)	$\bar{\ell}$ (μm)	$\ell_{90\%}$ (μm)	$\sqrt{\sigma^2}$ (μm)	Min (μm)	Max (μm)	longueur de mesure (μm)
LCF03	550	3	1,6	0,46	0,3	0,43	0,08	2,6	1178
LCF09	2031	11,2	0,75	0,93	0,35	1,33	0,01	7,74	2120
LCF05	113	10	1,6	0,076	0,059	0,058	0,012	0,274	89

**Tableau IV.3:** valeurs caractéristiques des distributions de largeur curviligne de cavités en fatigue oligocyclique isotherme selon le cycle triangle sur les éprouvettes non délaminées.

Réf.	Sollicitation	Nombre de cavités	Densité de cavités ( $\text{mm}^{-1}$ )	Fraction linéique de cavités (%)
LCF03	triangle 3h, $\Delta\epsilon_m=0,75\%$	105	89	4
LCF09	triangle 11h, $\Delta\epsilon_m=1,6\%$	327	154	13
LCF05	maint. tens. 10h, $\Delta\epsilon_m=1,6\%$	29	325	2,46

**Tableau IV.4:** fractions linéiques et densités de cavités obtenues en fatigue oligocyclique isotherme.



**Figure IV.43:** évolution de la fraction linéique de cavités interfaciales en fonction de la durée passée à 1100°C. Mesures obtenues à l'issue des essais de fatigue oligocyclique isotherme en fatigue continue, des essais sur éprouvettes AG2C et d'une oxydation statique sur échantillon plan.

## **IV.4. Fatigue oligocyclique anisotherme**

### **IV.4.1. Comportement de l'AM1 nu**

#### **IV.4.1.1. Principe expérimental**

Pour réaliser des essais de fatigue mécano-thermique avec un minimum d'éprouvettes, nous avons choisi d'explorer une seule forme de cycle que nous avons déduite d'un cycle calculé sur le bord d'attaque d'une aube du moteur M88 lors d'un essai moteur (Cf. figure IV.4 paragraphe IV.2.4).

En présence d'une barrière thermique, la mise en évidence de l'évolution des mécanismes d'endommagement sera explorée par des essais de différentes durées à l'issue desquels, les éprouvettes sont découpées et observées.

N'ayant aucune donnée sur le comportement du substrat soumis à une telle sollicitation, quelques cycles ont été réalisés sur des éprouvettes d'AM1 nu. Deux rapports de déformation ont été explorés  $R_\epsilon = -1$  (figure IV.4) et  $R_\epsilon = 0$  ( $\epsilon_{\min} = 0$  et  $\epsilon_{\max} > 0$ ).

#### **IV.4.1.2. Résultats**

Seuls les résultats relatifs à un rapport de déformation de -1 seront approfondis. Le comportement stabilisé de l'AM1 [001] soumis au cycle présenté en figure IV.4 est tracé sur le graphe de la figure IV.44. En complément, la figure IV.45 contient les mesures de la température en fonction du temps, de la contrainte en fonction de la température, de la déformation mécanique en fonction du temps et de la contrainte en fonction du temps. Les points caractéristiques du cycle de consigne sont identifiés sur ces graphes qui présentent les valeurs des mesures.

La forme particulière des boucles résulte de la variation simultanée de la température et de la déformation mécanique appliquée à l'éprouvette. La déformation totale dans ce cas n'est pas égale à la déformation mécanique puisqu'il faut ajouter la dilatation thermique qui varie à chaque instant du cycle.

Le cycle commence au point 0 où la déformation mécanique est nulle et à la température de 425°C. Lors du démarrage de l'essai, la contrainte est nulle au point 0 mais dès le second cycle et en comportement stabilisé, la contrainte y est négative en raison de la relaxation de 5 minutes à 1100°C.

Entre le point 0 et le point 1, la température augmente de 425°C à 750°C tandis que la déformation mécanique arrive à sa valeur minimale.

Au point 2, on repasse à déformation mécanique nulle mais la température continue de croître et atteint 875°C environ.

Au point 3, la température est maximale (1100°C) ainsi que la déformation mécanique. L'arrivée au point 3 s'accompagne d'une plasticité assez importante au premier cycle (visible sur le petit graphe dans le coin droit de la figure IV.44) suivie d'une relaxation de 100MPa. Lorsque le comportement se stabilise, la plasticité créée entre les points 2 et 3 est très faible voire même nulle, tout comme la relaxation entre les points 3 et 4.

Au point 4, la température et la déformation mécanique sont toujours maximales. La contrainte a légèrement chuté. Jusqu'au point 5, la température diminue jusqu'à 875°C tandis que la déformation mécanique s'annule pour redevenir négative jusqu'à sa valeur minimale au point 6 à la température de 750°C.

Le point 7 est identique au point 0 mais la température continue à diminuer tout comme la déformation mécanique jusqu'au point 8. En ce point, la contrainte maximale de l'essai est atteinte à 100°C. Le cycle se termine enfin par une élévation de la température jusqu'à 425°C et une diminution de la déformation mécanique (point 9).

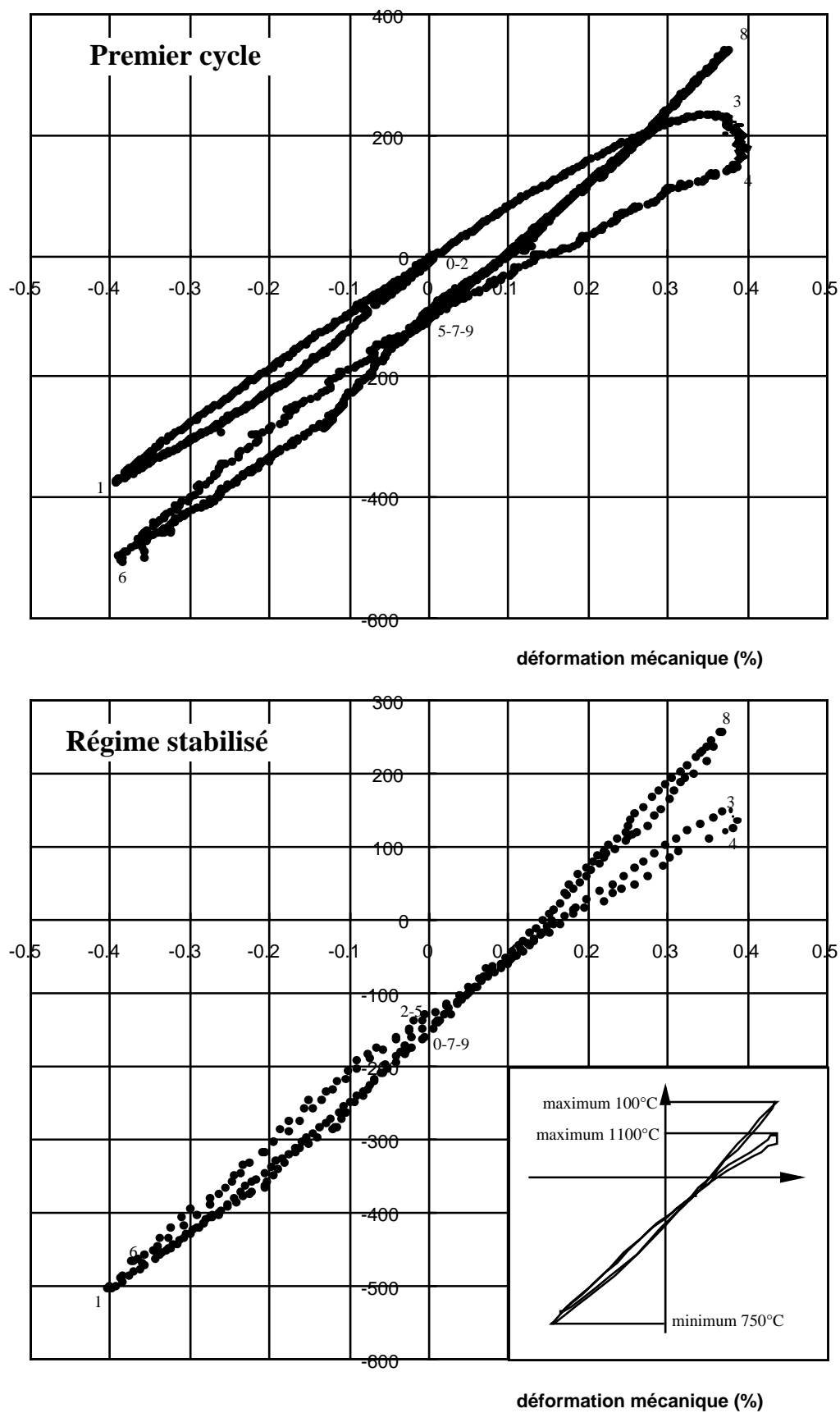
Trois points sont réellement critiques dans ce cycle:

- le point 8, à 100°C, correspond à la contrainte maximale atteinte durant l'essai. La protection se trouve dans son domaine fragile et la sollicitation en ce point ressemble à une traction à basse température. Elle s'apparente à un essai sur éprouvette AG2C;
- le point 3, à 1100°C, est un maximum relatif de contraintes. La sollicitation subie pendant la portion de cycle comprise entre les points 2 et 5 ressemble au cycle T-T-C de fatigue oligocyclique.
- les points 1 et 6 sont atteints à 750°C, température de transition ductile fragile de la sous-couche et à déformation mécanique minimale;

Une consigne de rapport de déformation égal à 0 a également été essayée. Les boucles obtenues ne seront pas présentées puisqu'elles ne diffèrent de la boucle de la figure IV.44 que par un décalage des contraintes vers les valeurs positives de 80MPa à 25°C, de 50MPa à 750°C et de 30MPa à 1100°C.

Afin de rester homogène avec les cycles de fatigue oligocyclique isotherme réalisés à  $R_\epsilon = -1$ , ce rapport de déformation sera toujours utilisé pour les essais anisothermes.





**Figure IV.44:** boucle contrainte-déformation mécanique de l'AM1 nu soumis au cycle anisotherme entre 100°C et 1100°C avec un rapport de déformation de -1. Premier cycle en haut et boucle stabilisée en bas.

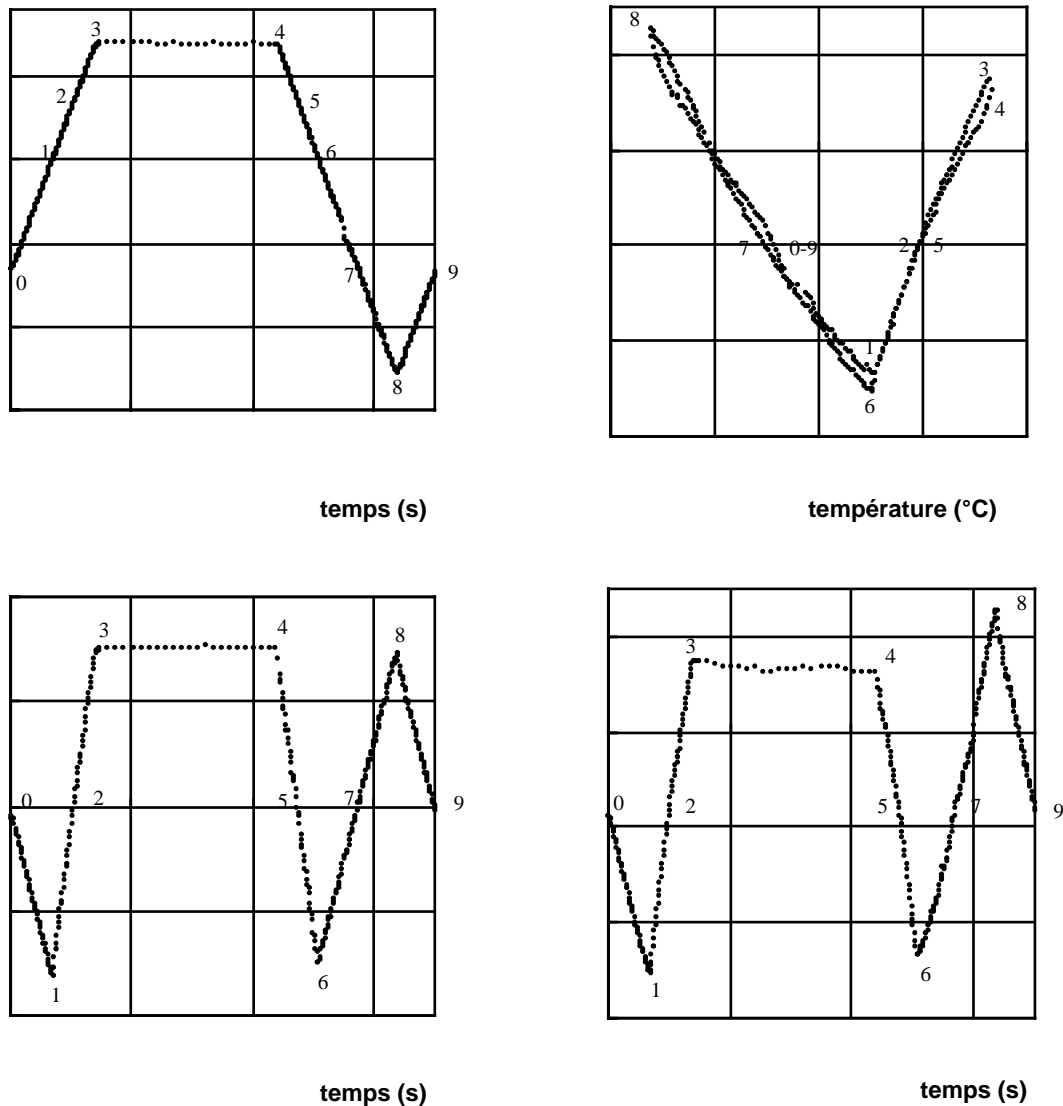


Figure IV.45: valeur de la mesure des paramètres de l'essai de fatigue mécano-thermique sur l'AM1 nu.

## IV.4.2 Essais sur la barrière thermique

### IV.4.2.1. Oxydation de l'éprouvette pendant la stabilisation thermique dynamique

Le démarrage d'un essai de fatigue mécano-thermique nécessite une stabilisation thermique dynamique d'une dizaine de cycles à charge nulle. La durée d'un cycle est de 700s, si bien que le temps de stabilisation, de l'ordre de 2 heures et 10 minutes contribue à l'oxydation de l'éprouvette. La température n'est cependant pas à 1100°C pendant 2 heures et la cinétique d'oxydation est rapidement négligeable à des températures plus basses.

Au premier cycle, l'épaisseur d'alumine est égale à 0,3μm, puis au début de chaque cycle, l'épaisseur initiale est égale à l'épaisseur obtenue à la fin du cycle précédent. Le calcul de l'épaisseur d'alumine résultant de la sollicitation thermique à charge nulle a été effectué par un programme écrit en langage Think Pascal. L'évolution de l'épaisseur d'alumine formée par la sollicitation thermique du cycle anisotherme à charge nulle est représentée en figure IV.46 en fonction du nombre de cycles.

La représentation graphique a été interpolée dans le domaine compris entre 0 et 25 cycles par une fonction puissance donnée par l'expression IV.3. Le coefficient de corrélation est de 0,9992.

$$e_{\text{Al}_2\text{O}_3, \text{FMT}-\sigma=0} = 0,3 + 0,0251N^{0,8142} \quad \text{IV.3}$$

où  $N$  est le nombre de cycles.

L'expression IV.3 résulte de l'intégration de la loi donnée par l'expression IV.4.

$$de_{\text{ox}} = \frac{A}{2e_{\text{ox}}} e^{-\frac{Q}{RT}} dt \quad \text{IV.4}$$

où  $de_{\text{ox}}$  est l'épaisseur d'oxyde formée pendant l'incrément de temps  $dt$ ;

$A$  est la constante parabolique d'oxydation;

$Q$  est l'énergie d'activation;

$R$  est la constante des gaz parfaits;

$T$  est la température.

L'épaisseur formée par la sollicitation thermique à charge nulle n'est pas constante, comme le montre le graphe de la figure IV.47. Enfin, la figure IV.48 évalue la contribution des transitoires en température dans le cycle anisotherme à charge nulle en comparant l'épaisseur d'alumine formée pendant un nombre de cycles donné à l'épaisseur d'oxyde qui aurait été formée uniquement par le palier de 5 minutes à 1100°C. La représentation graphique obtenue a été interpolée dans le domaine compris entre 0 et 25 cycles par l'expression IV.5 avec un coefficient de corrélation de 0,9951.

$$e_{\text{Al}_2\text{O}_3, \text{FMT}-\sigma=0} - e_{\text{Al}_2\text{O}_3, 5' \text{ à } 1100^\circ\text{C}-\sigma=0} = 0,0016N^{0,7667} \quad \text{IV.5}$$

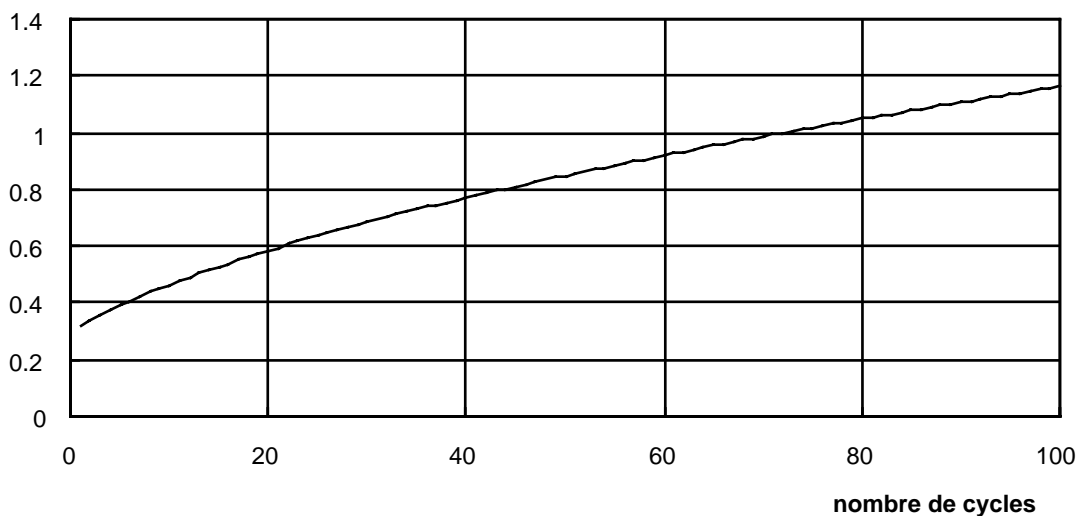
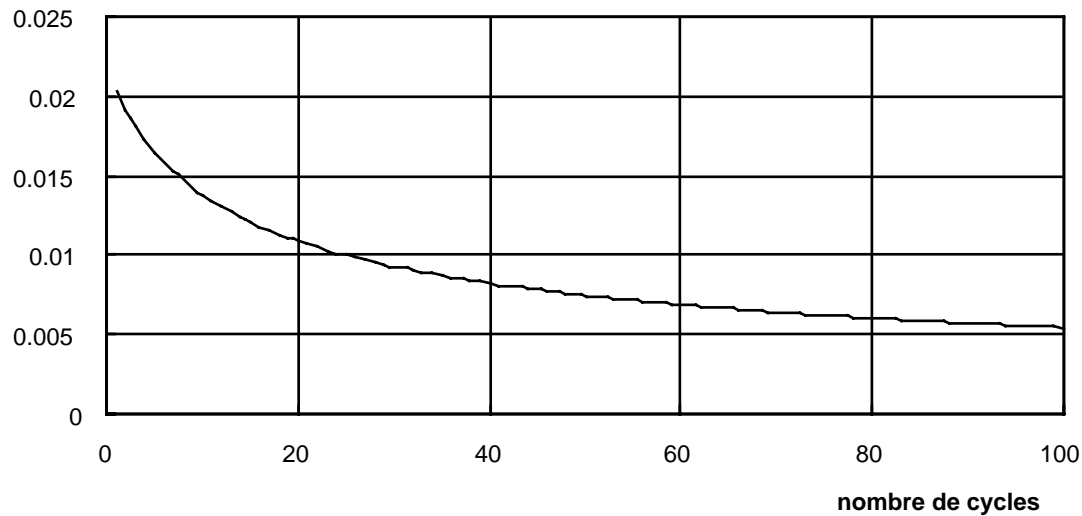
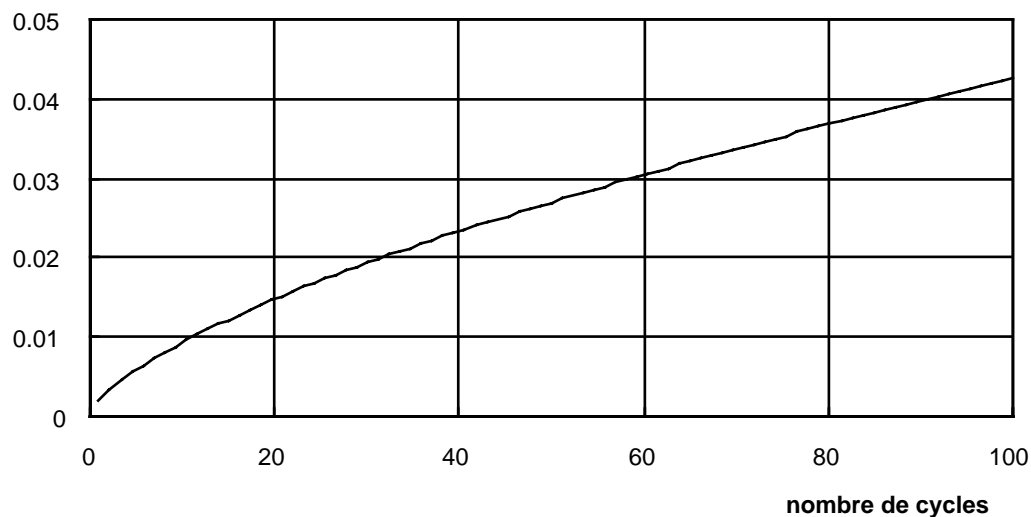


Figure IV.46: épaisseur d'alumine formée par la sollicitation thermique du cycle anisotherme à charge nulle.



**Figure IV.47:** épaisseur d'alumine formée par cycle par la sollicitation thermique du cycle anisotherme à charge nulle.



**Figure IV.48:** écart entre l'épaisseur d'alumine formée par la sollicitation thermique du cycle anisotherme à charge nulle et l'épaisseur qui serait formée si le cycle ne comprenait que le palier de 5 minutes à 1100°C à charge nulle.

Outre le problème de l'épaisseur d'oxyde qui se forme pendant la stabilisation thermique, la fatigue mécano-thermique présente une autre difficulté lorsqu'il s'agit de tracer des représentations graphiques d'épaisseur d'oxyde par exemple en fonction d'un paramètre temps. Le choix du temps d'oxydation est important lorsque l'on compare des mesures obtenues par différentes conditions d'essais, isotherme ou anisotherme.

Le cycle de fatigue mécano-thermique comprend 300s à 1100°C et 400s de transitoires en température. Il est possible de calculer un temps équivalent tel que l'épaisseur d'oxyde formée pendant ce temps équivalent à 1100°C soit égale à l'épaisseur d'oxyde formée pendant les 400s de

transitoire. Encore faut-il pour cela que la cinétique d'oxydation soit la même pendant les transitoires qu'en isotherme à 1100°C et aussi la même qu'en oxydation statique sur échantillons plans puisque nous ne possédons de loi d'oxydation que pour cette dernière condition.

Avec ces approximations, le temps équivalent à 400s de transitoire est égal à 25s à 1100°C. Dans les représentations graphiques, nous utiliserons donc une période de cycle anisotherme de 325s.

#### IV.4.2.2. Séquences de sollicitation mécano-thermique

A l'issue de la période de stabilisation thermique, dont l'influence doit être prise en compte grâce aux résultats du paragraphe précédent, la sollicitation thermique perdure tandis que la sollicitation mécanique débute.

Le tableau IV.5 présente toutes les séquences d'essai réalisées, c'est à dire les périodes où la sollicitation n'est interrompue ni par une défaillance de l'expérience, ni par la fin de l'essai.

La deuxième colonne contient le mode de régulation de la température, soit par un thermocouple soudé au milieu de la partie interne de l'éprouvette tubulaire, avec tous les inconvénients qui ont été exposés au paragraphe II.2.4, soit par un thermocouple S ligaturé sur la céramique. Le choix d'un pilotage interne permet un contrôle direct de la température de consigne tandis que la régulation sur le thermocouple S s'effectue selon le cycle de consigne équivalent présenté au paragraphe II.2.4.

Dix cycles de stabilisation sont effectués de préférence, mais ce nombre peut être plus important si des problèmes surviennent pendant la stabilisation. Certaines séquences ont été lancées après une stabilisation plus courte.

La sollicitation mécano-thermique proprement dite est constituée de séquences de quelques dizaines de cycles. Si un essai long est prévu, il vaut mieux utiliser une régulation de température externe pour éviter les déboires de l'essai X5306A qui s'en trouve presque inexploitable. Cet essai qui visait la ruine totale de l'éprouvette a été commencé par une régulation interne. Il est marquant de constater les grandes différences dans le nombre de cycles réalisés dans chaque séquence en raison d'une durée de vie aléatoire du thermocouple. Lassés (il faut rappeler que pour renouveler un thermocouple interne, l'éprouvette doit être entièrement démontée), nous avons changé de mode de régulation, mais les multiples arrêts et manipulations de l'éprouvette ont causé un amorçage d'écaillage au droit de l'appui d'une branche d'extensomètre. Le pilotage interne n'est donc vraiment pas adapté aux essais longs.

L'essai X5306C, conduit jusqu'à l'apparition de l'écaillage sur la partie utile, a été réalisé en quatre séquences de longueurs équivalentes. Les arrêts sont nécessaires pour resserrer la ligature du thermocouple S.

Référence éprouvette	régulation de température	N <sub>stabilisation</sub> (à charge nulle)	N <sub>tot, stabilisation</sub>	N <sub>essai</sub> (en contrôle de déformation)	N <sub>tot, essai</sub>	N <sub>tot</sub>
X5306F	interne	10	10	54	54	64
X5306E	interne	10	10	125	125	135
X5306I	interne	20		125		
	interne	10		48		
	interne	5	35	74	247	282
X5306A	interne	10		35		
	interne	12		124		
	interne	10		22		
	interne	8		127		
	externe	23	63	56	364	427
X5306C	externe	10		145		
	externe	10		158		
	externe	14		185		
	externe	8	42	140	628	670

**Tableau IV.5:** séquences d'essai de fatigue mécano-thermique sur les éprouvettes revêtues.

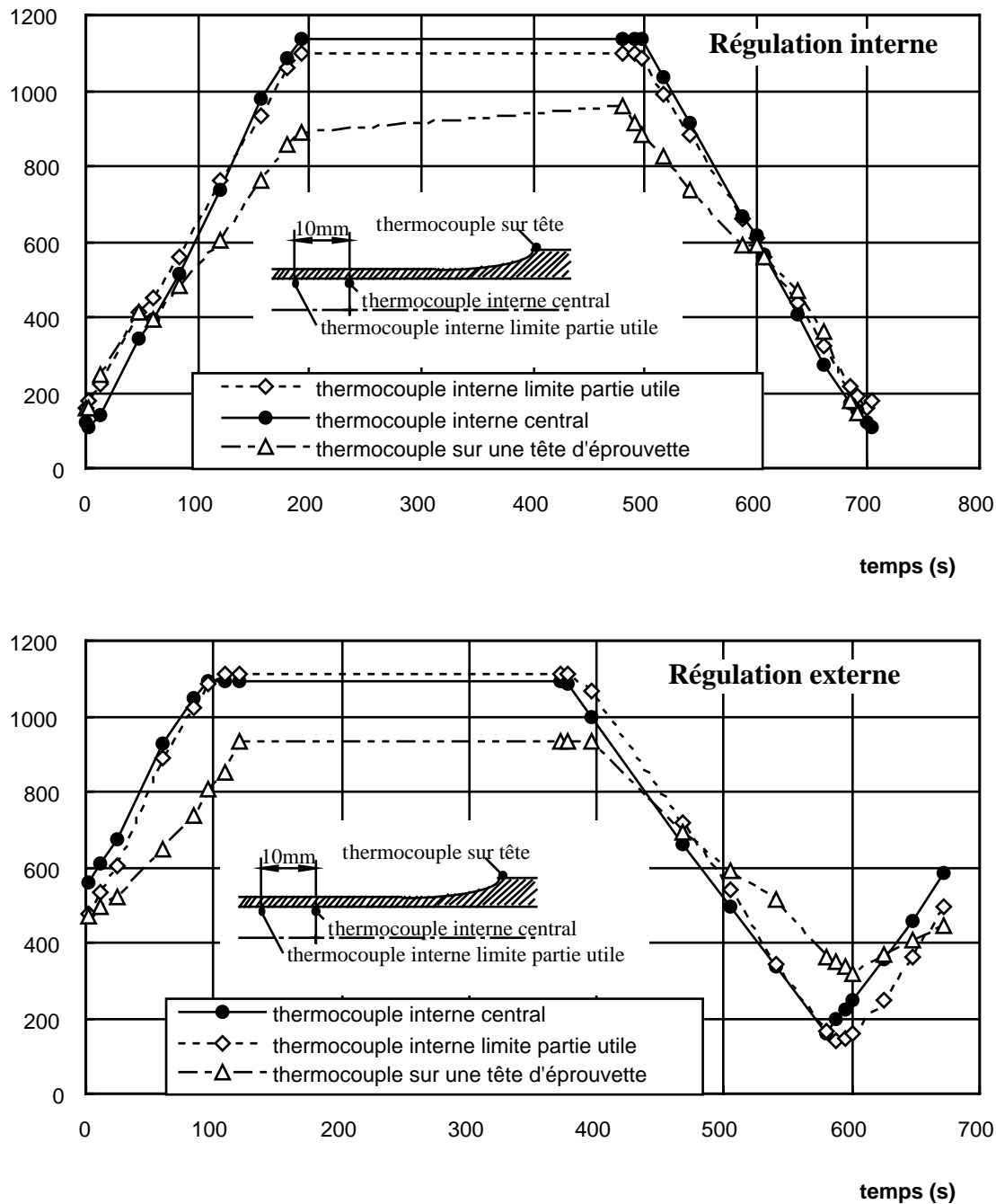
#### IV.4.2.3. Gradients thermiques dans l'éprouvette

La complexité de l'éprouvette, dont la protection est intrinsèquement conçue pour être le siège de forts gradients de température et les conditions thermiques transitoires de l'essai rendent l'état d'élément de volume difficile à obtenir. Le gradient thermique existant entre la paroi interne de l'éprouvette et la surface de la céramique a déjà été présenté au paragraphe IV.2.4 pour établir des cycles thermiques de régulation équivalents. Dans ce paragraphe, le gradient thermique latéral est également étudié.

La figure IV.49 présente les étalonnages de températures effectués sur les éprouvettes de fatigue anisotherme. Les mesures sont effectuées sur trois thermocouples: un thermocouple soudé en paroi interne sur l'axe de symétrie transversal de l'éprouvette, un thermocouple soudé en paroi interne à 10mm du premier et qui se situe donc près de la fin de la partie utile et un thermocouple soudé sur une tête d'éprouvette au droit de la partie recouverte par la barrière thermique.

Le cycle thermique est régulé successivement sur le thermocouple interne central (graphe du haut) et sur un thermocouple ligaturé sur la céramique en paroi externe (graphe du bas).

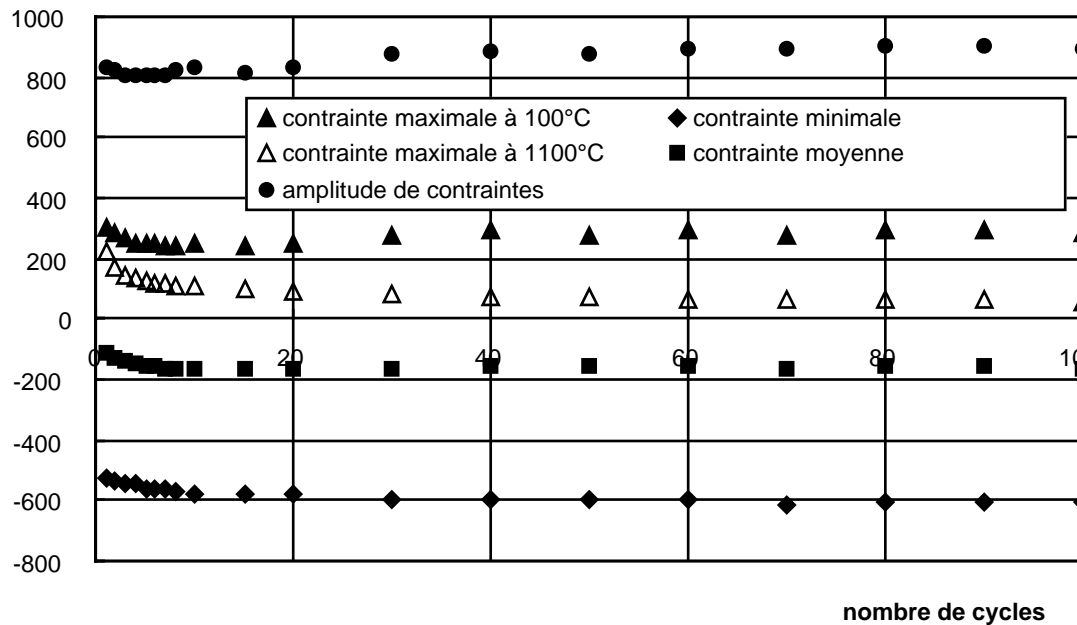
Dans les deux cas, la différence de température existant entre les deux thermocouples internes est assez faible et ne dépasse pas 10°C. Au niveau des têtes d'éprouvette, l'inertie thermique est bien plus grande et les flux thermiques vers des parties froides et massives de la machine sont importants. Ainsi les extrema de température sont réduits sur les têtes et sont atteints avec un déphasage de temps.



**Figure IV.49:** écarts de température dans une éprouvette au cours d'un cycle de fatigue mécano-thermique en régulation de température interne et en régulation externe.

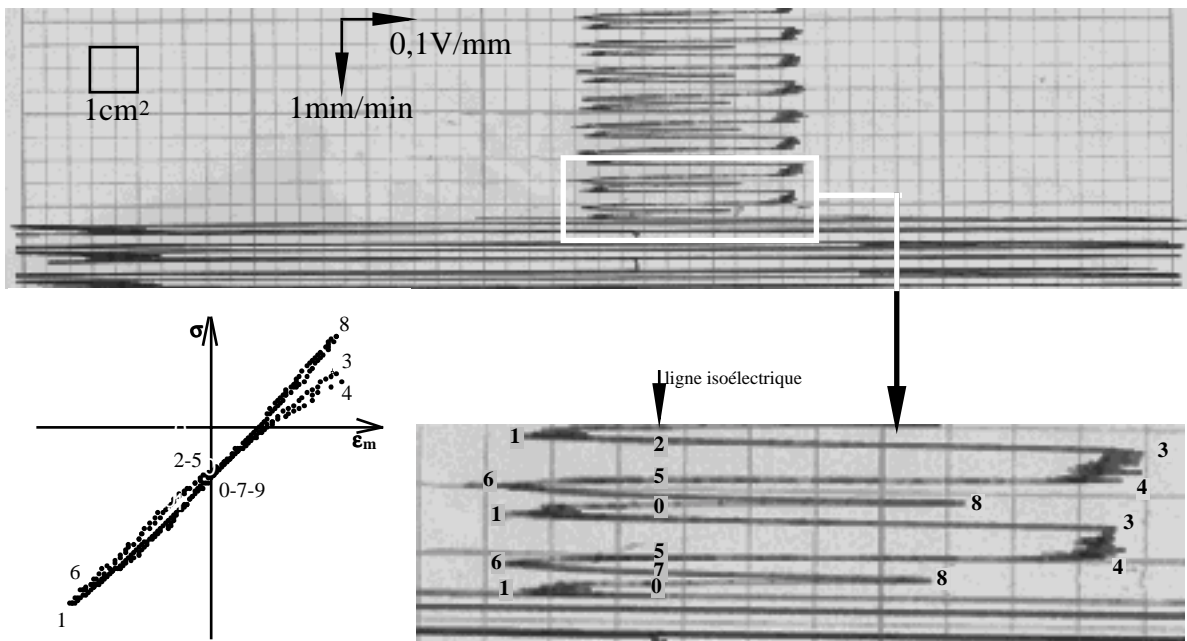
#### IV.4.3. Comportement

L'évolution des contraintes au cours des cent premiers cycles de sollicitation a été reportée en figure IV.50. Les contraintes ne varient plus après les cent premiers cycles et jusqu'au 628<sup>ème</sup> cycle où l'écaillage a été observé. L'endommagement de la protection semble ne pas avoir d'influence sur les valeurs des contraintes. Tout comme en fatigue isotherme, on observe une décroissance des contraintes au cours des dix premiers cycles puis une stabilisation.



**Figure IV.50:** évolution des contraintes maximales relatives (1100°C) et absolues (100°C), des contraintes minimales, moyennes et de l'amplitude de contraintes au cours des cent premiers cycles de fatigue mécano-thermique.

Le suivi électrique a toutefois présenté un comportement étonnant au cours des deux essais conduits jusqu'à 364 cycles (écaillage sous un appui de l'extensomètre) et 628 cycles (écaillage sur la partie utile). Ce comportement n'a pas été observé sur les autres essais où aucun écaillage ne s'est produit. La figure IV.51 est une numérisation du tracé du suivi électrique enregistré au cours de l'essai conduit jusqu'à 628 cycles.



**Figure IV.51:** suivi électrique au cours de l'essai de fatigue mécano-thermique conduit jusqu'à 628 cycles. Intervalle compris entre les 581<sup>ème</sup> et le 589<sup>ème</sup> cycles.



Tandis que l'amplitude maximale du suivi électrique atteignait 0,5V au cours des essais conduits jusqu'à un nombre total de 364 cycles et 628 cycles, une perturbation majeure du signal s'est produite dans les deux cas au point n°1 de la boucle contrainte-déformation, c'est à dire en compression à 750°C après le passage à 100°C. Sur la figure IV.51, le point n°1 peut être localisé sur l'agrandissement du bas comme étant le premier des deux pics d'amplitude maximale obtenus au cours d'un cycle sur le signal du suivi. La photo du haut montre la perturbation du signal dont l'amplitude dépasse alors 2,5V.

Le suivi électrique de l'éprouvette sollicitée pendant 364 cycles a été perturbé au 311<sup>ème</sup> cycle. Après avoir examiné l'éprouvette au 364<sup>ème</sup> cycle et identifié un écaillage au niveau de l'appui de l'extensomètre, une nouvelle séquence de stabilisation a été réalisée (non comptabilisée dans les 364 cycles) durant laquelle le suivi électrique avait un signal clair, de 0,5V d'amplitude. Dès la superposition de la sollicitation mécanique, l'amplitude du signal a une nouvelle fois dépassée 2,5V.

Dans le cas de l'éprouvette sollicitée pendant 628 cycles, la perturbation du signal est apparue au 587<sup>ème</sup> cycle.

Ces constatations ne permettent pas de conclure que le cycle où s'est produit l'écaillage a été identifié, puisqu'il est difficile d'imaginer que ces très fortes variations du suivi électrique soient provoquées par un écaillage de quelque mm<sup>2</sup> qui de plus n'affecte pas plus le substrat que la sous-couche. Cependant, la similitude des événements est troublante puisque seuls les deux essais ayant présenté de l'écaillage ont vu leur signal électrique perturbé pendant la séquence où cet écaillage s'est produit. D'autre part la perturbation a eu lieu dans les deux cas au point n°1 du cycle, à 750°C pendant la phase de chauffage.

#### **IV.4.4. Observations microstructurales**

La surface externe des éprouvettes sollicitées jusqu'à 247 cycles ne présente pas d'endommagement.

Les premières observations en coupe sont réalisées sur l'éprouvette qui a subi 57 cycles (figure IV.52). La couche d'alumine présente quelques cavités interfaciales et incluses. L'interface alumine-sous-couche est très irrégulière.

Après 125 cycles, la figure IV.53 montre que la couche d'alumine est multifissurée en certains endroits (photographie de gauche). La photographie de droite montre une zone où la couche d'alumine a la même allure que sur la figure IV.52, après 57 cycles. Cependant, les cavités incluses sont plus grandes. La densité de cavités interfaciales est approximativement constante tandis que la densité de cavités incluses augmente avec le nombre de cycles. La figure IV.54 montre, toujours après 125 cycles quelques fissures transverses oxydées dans la sous-couche. Elles débutent sur la couche d'alumine et traversent la sous-couche externe en étant assez rectilignes et minces. Elles se ramifient souvent dans la sous-couche interne et ne pénètrent jamais dans le substrat.

La couche d'alumine contient des cavités qui sont totalement incluses et qui apparaissent en noir sur la photographie de droite de la figure IV.54. Les cavités interfaciales du côté de la sous-couche sont quasiment inexistantes.

Après 247 cycles, les zones microfissurées sont beaucoup moins nombreuses. Les fissures transverses sont plus nombreuses et les cavités incluses plus grandes et plus nombreuses (Figure IV.55). La plupart des cavités sont incluses dans la couche d'alumine mais certaines d'entre elles (sur la figure IV.56, cavité la plus à droite) sont en contact avec la sous-couche. Le périmètre de la cavité est presque entièrement oxydé sauf au niveau de la sous-couche. La cavité semble être englobée par l'oxydation de la sous-couche.

A ce stade d'avancement de l'endommagement, de nombreux sites où s'amorcent des fissures transverses apparaissent (Figure IV.56). A 125 cycles, de nombreuses fissures transverses qui traversent la sous-couche de part en part existent mais aucun site d'amorçage n'était identifiable. Au bout de 247 cycles, il existe bien entendu des fissures transverses assez fines qui se prolongent jusqu'au substrat mais il semble que la croissance et l'extension des cavités incluses conduisent à un nouveau réseau de fissures transverses, qui se développent plus tardivement depuis les cavités interfaciales. Ce second réseau est constitué de fissures transverses très ouvertes et oxydées. Le premier réseau de fissures transverses, déjà présentes à l'issue de l'essai arrêté au bout de 54 cycles, pourrait se développer au bout de quelques cycles en raison des fortes contraintes de tension à basse température générées dans l'éprouvette au début de l'essai. La figure IV.50 montre que les contraintes maximales de tension à 100°C et à 1100°C diminuent et se stabilisent en dix à quinze cycles.

D'autre part, la figure IV.56 montre que les cavités s'étendent latéralement le long de l'interface alumine/zircone. La surface de contact entre la céramique et la couche d'alumine s'en trouve donc réduite.

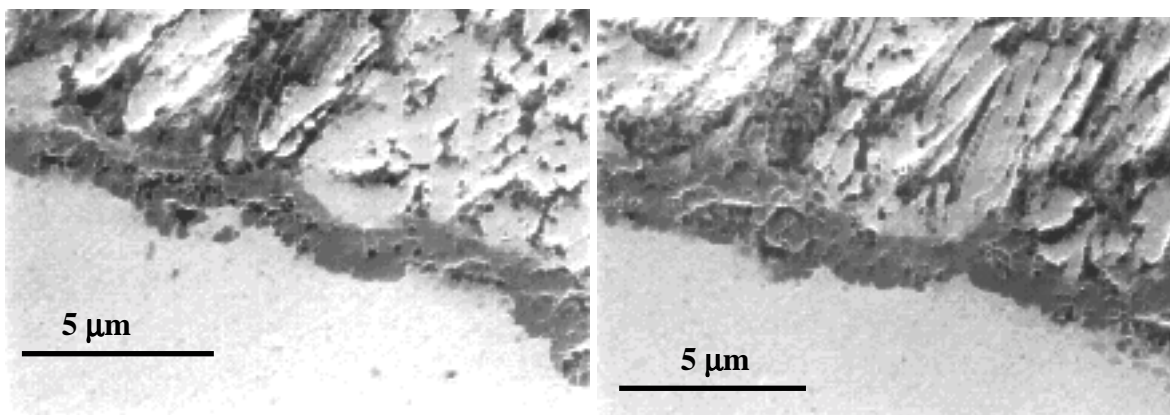


Figure IV.52: coupe de l'éprouvette de fatigue mécano-thermique sollicitée pendant 54 cycles.

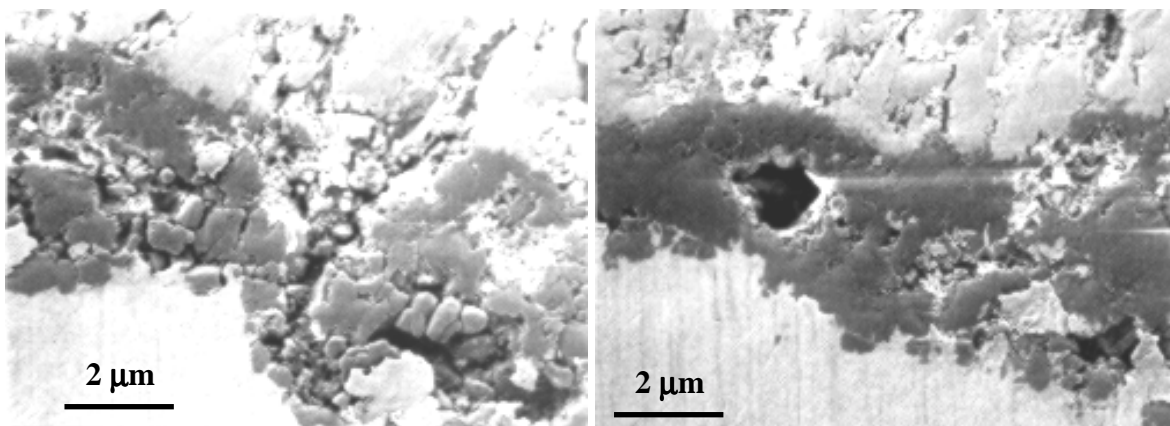
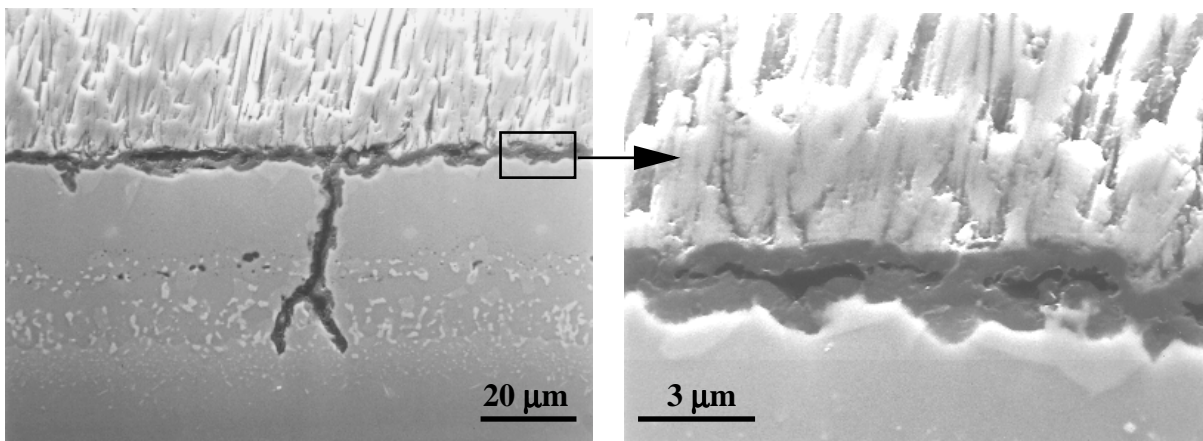
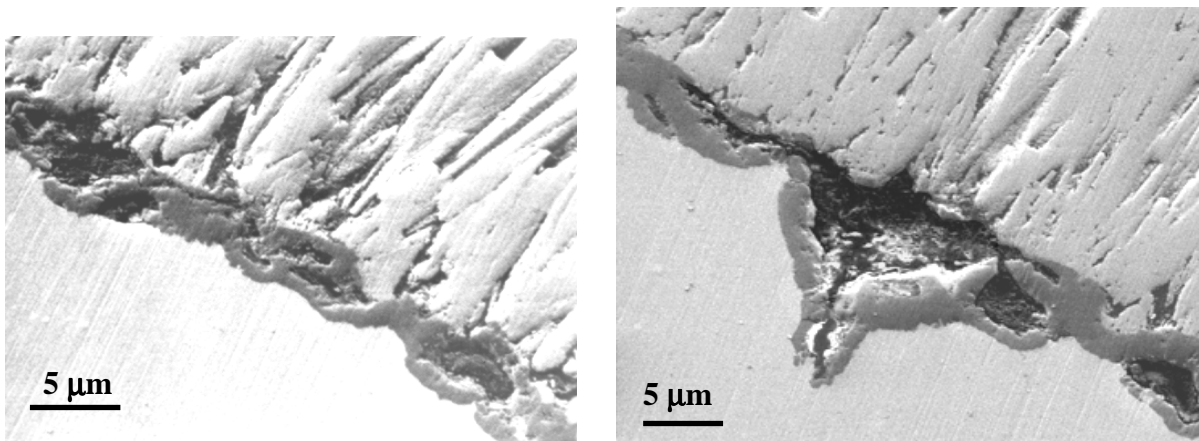


Figure IV.53: multifissuration de la couche d'alumine observée après 125 cycles.



**Figure IV.54:** coupe de l'éprouvette de fatigue mécano-thermique sollicitée pendant 125 cycles.



**Figure IV.55:** éprouvette de fatigue mécano-thermique sollicitée pendant 247 cycles.

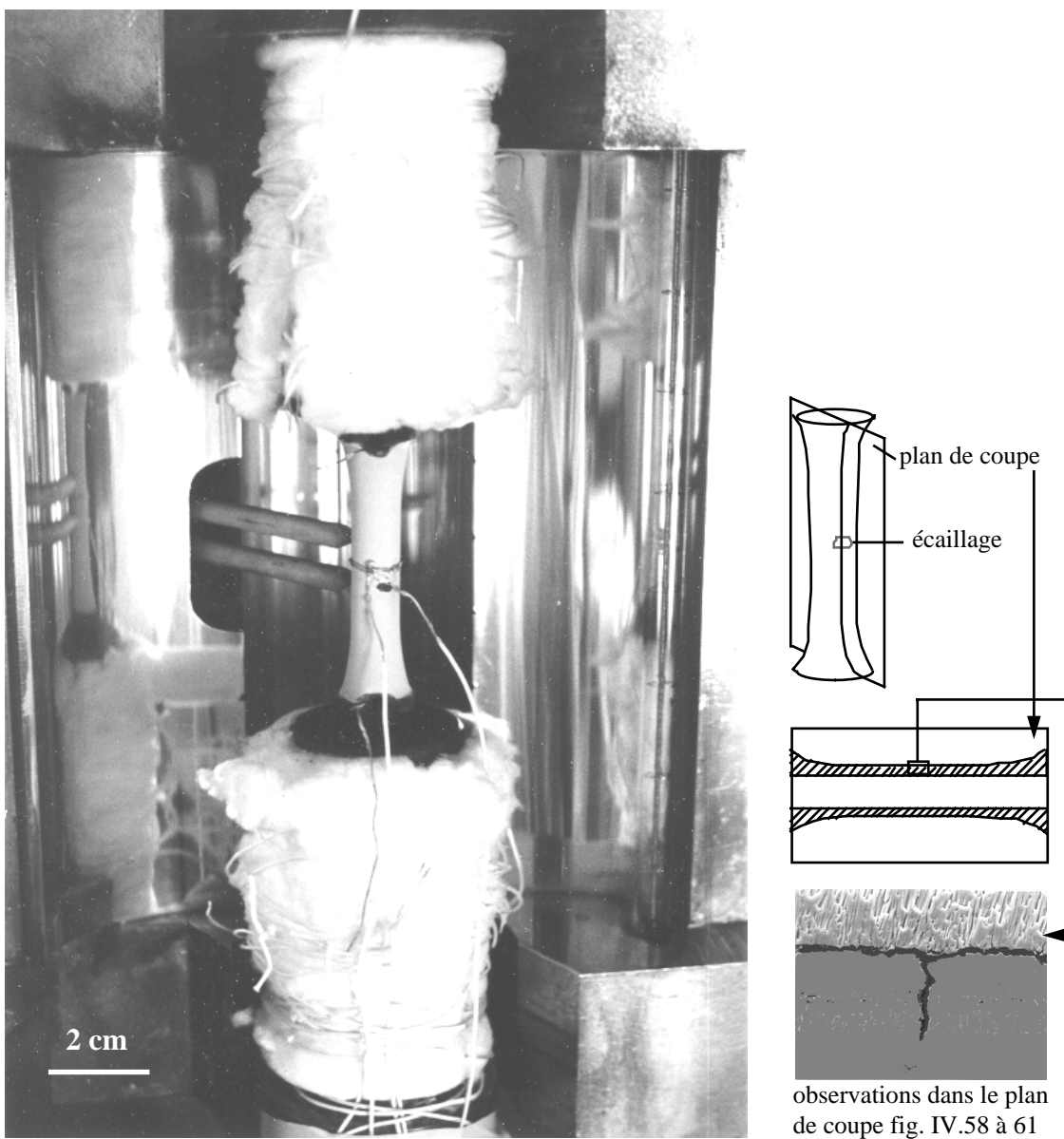
**Figure IV.56:** éprouvette de fatigue mécano-thermique sollicitée pendant 247 cycles.

A 628 cycles, un écaillage est observé sur le fût de l'éprouvette (Figure IV.57). Cela diffère considérablement des modes d'endommagement de fatigue oligocyclique isotherme où l'écaillage ne s'est jamais produit et où seul le délaminage avait été observé. Par contre les éprouvettes AG2C avait permis d'écailler localement le fût de l'éprouvette. L'éprouvette photographiée en figure IV.57 a été découpée longitudinalement de telle sorte que le plan de coupe traverse la surface écaillée. Sur l'échantillon poli, la génératrice opposée à l'écaillage n'est pas délaminée. Par contre du côté de l'écaillage on observe bien le délaminage au droit de l'écaillage (Figure IV.57).

Une seconde observation est particulièrement remarquable: le délaminage intervient à l'interface zircone/alumine. Cela diffère de tous les modes d'endommagement observés jusqu'ici. L'oxydation profonde de la sous-couche, qui occasionne le développement de fissures transverses très larges, est probablement le résultat de l'extension des cavités qui constitue le deuxième mécanisme de formation d'un réseau de fissures transverses dont l'amorçage est montré en figure IV.56. La

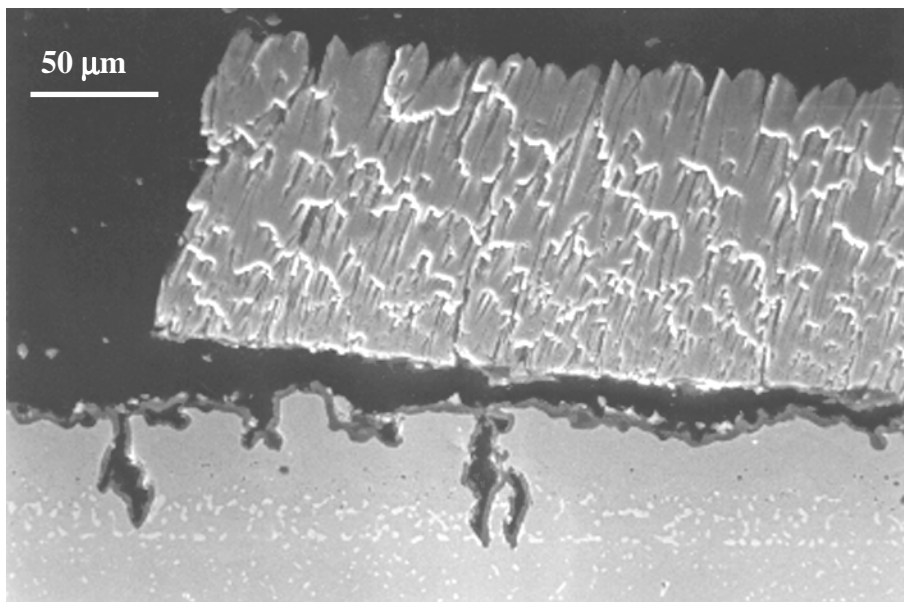
propagation de ces fissures doit être fortement liée à l'oxydation et semble lente. Le premier mécanisme de fissuration transverse conduit aux fissures présentées en figure IV.54 dont la propagation doit être rapide et liée aux valeurs des contraintes.

La figure IV.59 montre une photographie prise dans une zone non délaminée mais située presque à la limite avec la zone délaminée dont l'extrémité est visible sur la figure IV.58. Les cavités dans la couche d'alumine sont extrêmement étendues, tant en largeur qu'en profondeur. En profondeur, elles se développent sous la forme d'une fissuration transverse de la sous-couche tandis qu'en largeur, leur multiplication le long de l'interface zircone/alumine conduit au délaminage.

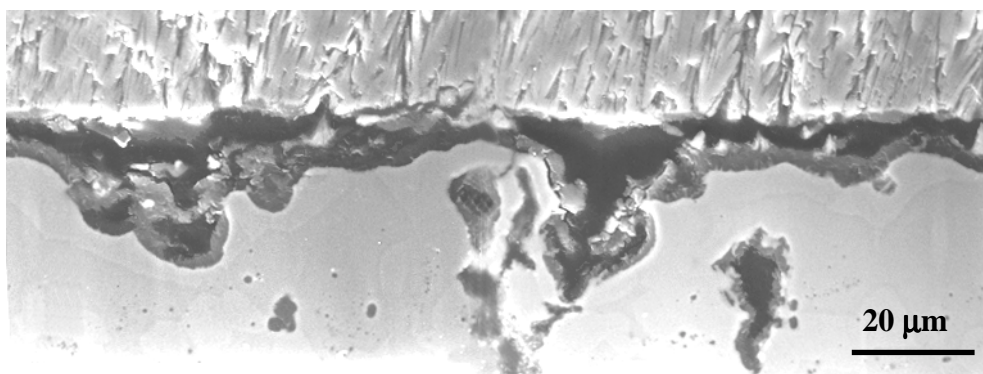


**Figure IV.57:** vue de l'écaillage sur l'éprouvette de fatigue mécano-thermique sollicitée pendant 628 cycles.

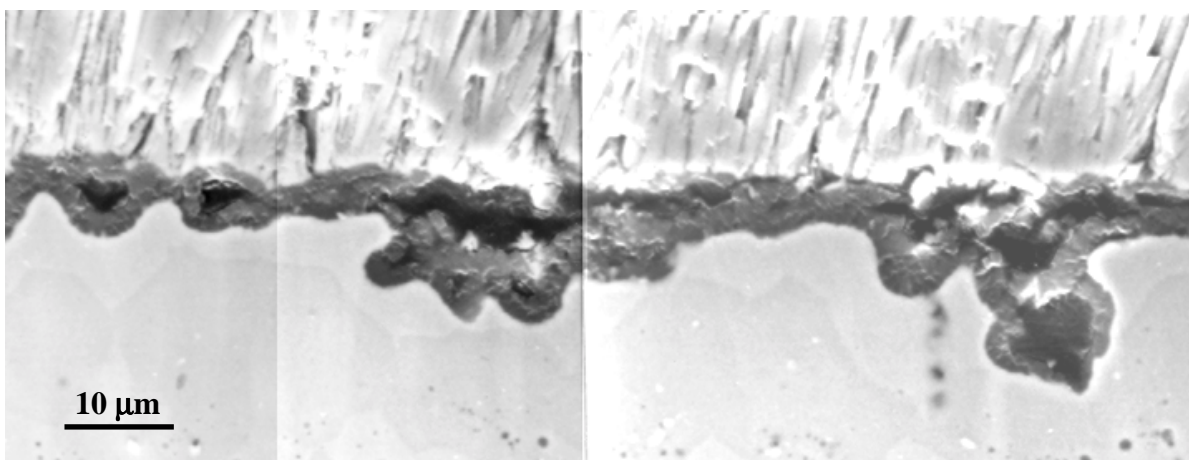




**Figure IV.58:** coupe de l'éprouvette de fatigue mécano-thermique sollicitée pendant 628 cycles. Ecaillage (à gauche) et délaminage de la zircone à l'interface zircone-alumine.



**Figure IV.59:** coupe de l'éprouvette de fatigue mécano-thermique sollicitée pendant 628 cycles. Zone de la partie utile très près de l'écaillage.



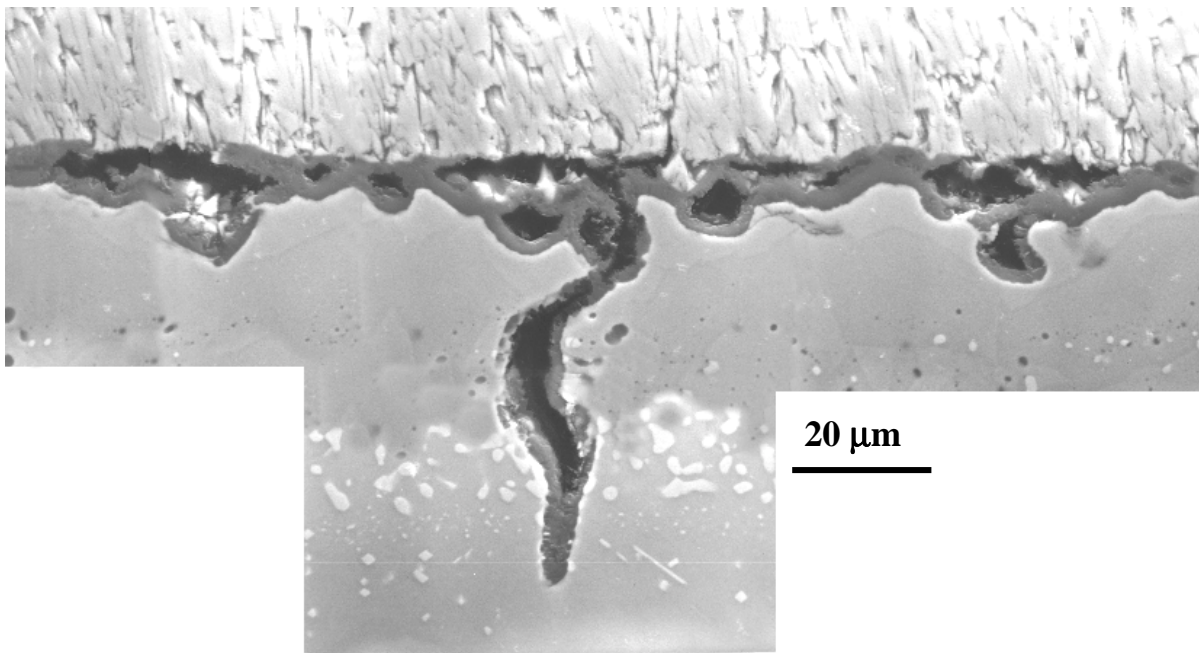
**Figure IV.60:** coupe de l'éprouvette de fatigue mécano-thermique sollicitée pendant 628 cycles. Zone de la partie utile assez loin de l'écaillage.

*Synthèse*

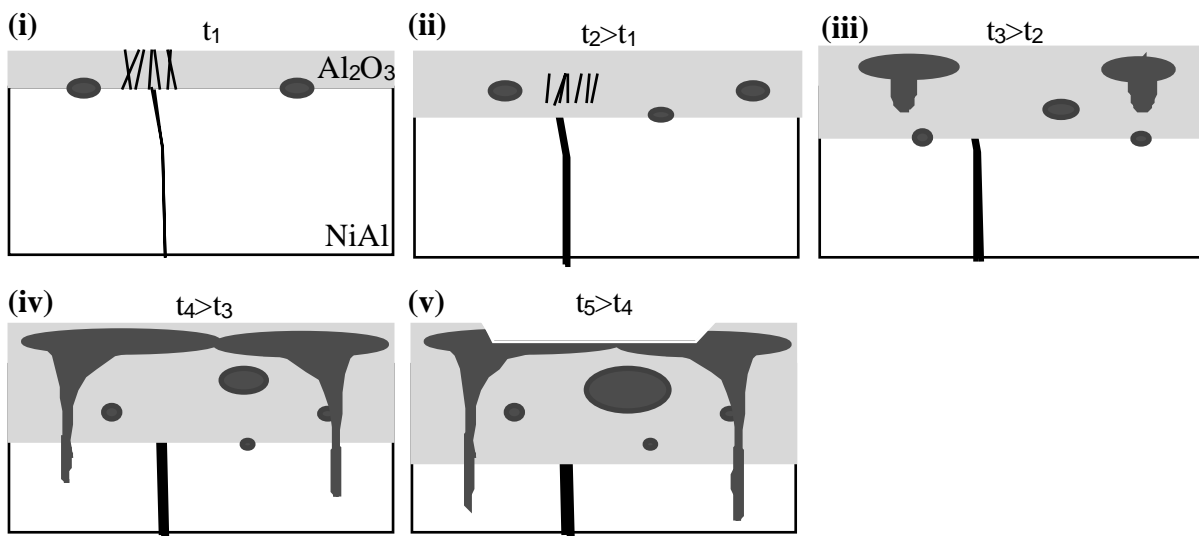
Les figures IV.60 et IV.61 sont des photographies prises dans la partie utile sur la génératrice opposée au côté délaminé. L'allure de la couche d'alumine y est représentative de l'endommagement obtenu en fatigue mécano-thermique à l'exception des fissures appartenant au premier réseau formé dans les premiers cycles de sollicitation qui n'y figurent pas. La fissure transverse dont la pointe n'atteint pas le substrat est amorcée sur une cavité. Les cavités s'étendent donc en profondeur, ce qui mène au second réseau de fissures transverses et latéralement le long de l'interface zircone-alumine. D'autres cavités, de forme plus circulaire de part et d'autre de la fissure, semblent plus récentes. Elles sont plus près de la sous-couche et ne se sont pas encore étendues. Il y a plusieurs étages de cavités incluses dans la sous-couche qui sont superposées.

L'endommagement peut donc être décrit par les stades suivants:

- la couche d'alumine commence à croître et des cavités interfaciales de très petite taille se développent. De manière simultanée, des fissures transverses assez rectilignes apparaissent rapidement; (figure IV.62 (i)). La multifissuration de la couche d'alumine peut également intervenir.
- les cavités interfaciales sont très rares sur les micrographies et leur densité n'évolue pas avec le nombre de cycles. S'il y a une germination continue de cavités à l'interface, les cavités interfaciales doivent donc être englobées pour se retrouver incluses. Un mécanisme de croissance anionique de la couche semble être prépondérant; (figure IV.62 (ii))
- la croissance des cavités incluses est forte. Elle a lieu en profondeur, conduisant à d'autres fissures transverses très larges et en largeur parallèlement aux interfaces. Les plus grosses cavités sont celles qui ont germé les premières car ce sont elles qui ont eu le plus de temps pour croître. Si la croissance de l'alumine est anionique, les cavités les plus anciennes se retrouvent les plus proches de la zircone. C'est pourquoi la forte extension latérale des grosses cavités a lieu presque à l'interface avec la zircone; (figure IV.62.(iii)). La couche d'alumine présente de moins en moins de zones microfissurées. Elles se réparent tandis que les cavités croissent.
- la multiplication des cavités et leur extension en largeur conduisent au délaminage à l'interface zircone-alumine; (figure IV.62(iv))
- la surface délaminée pourrait alors devenir suffisamment grande pour provoquer le flambage de la zircone et son écaillage. (figure IV.62(v))



**Figure IV.61:** coupe de l'éprouvette de fatigue mécano-thermique sollicitée pendant 628 cycles. Zone de la partie utile non délaminée assez loin de l'écaillage.



**Figure IV.62:** évolution des cavités en fatigue mécano-thermique

Dans ce chapitre, nous avons donc proposé un mécanisme d'évolution de la couche d'alumine basé uniquement sur les observations sans tenir compte de la sollicitation subie pendant le cycle mécano-thermique. Dans le chapitre V, ce mécanisme sera complété en tenant compte de l'état de contrainte des couches qui aura été calculé. Il sera alors possible de déterminer à quel endroit du cycle se produit un événement donné.

D'autre part, la connaissance de l'instant du délaminage ou de l'écaillage en fatigue mécano-thermique ne se pose pas de la même manière qu'en fatigue isotherme puisque tous les cycles de

fatigue mécano-thermique comprennent un refroidissement qui peut avoir le même effet que la fin d'un essai isotherme. Seul un encadrement du nombre de cycles à l'écaillage est accessible par les essais interrompus..

#### **IV.4.5. Analyse quantitative**

Les épaisseurs d'alumine sont mesurées par la procédure utilisée dans tout le travail et décrite au paragraphe I.3.1.3. Les valeurs caractéristiques des distributions figurent dans le tableau IV.6 et les histogrammes se trouvent dans l'annexe 2.

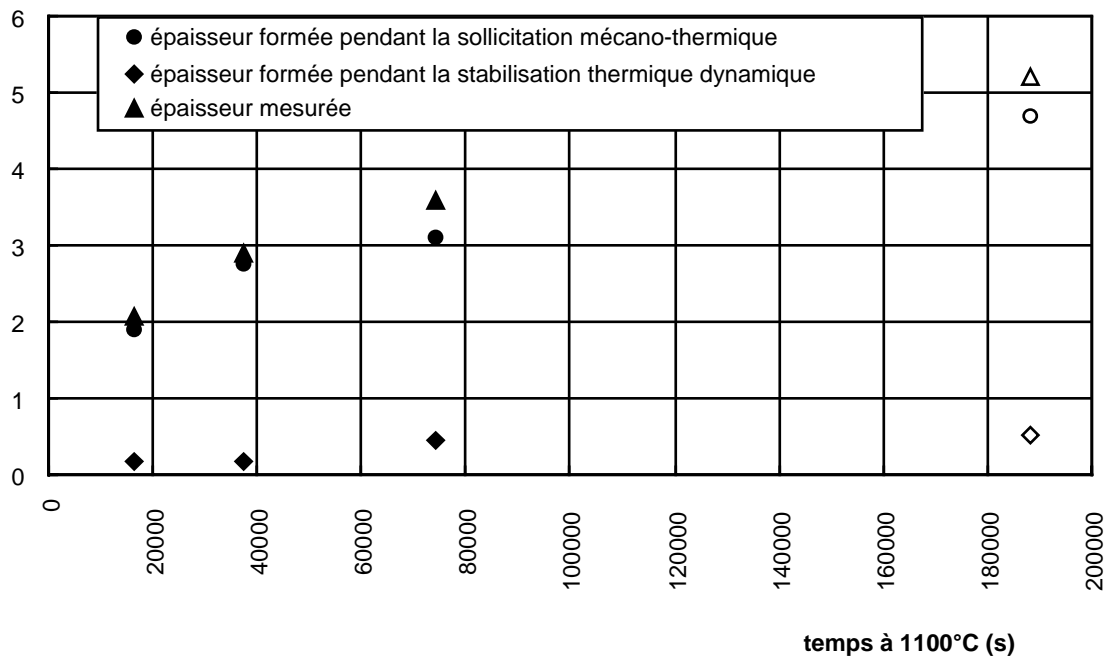
Réf.	Nombre de cycles	Moyenne ( $\mu\text{m}$ )	Médiane ( $\mu\text{m}$ )	$\sigma$ ( $\mu\text{m}$ )	Minimum ( $\mu\text{m}$ )	Maximum ( $\mu\text{m}$ )	statistique sur N mesures
X5306F	54	2,07	1,94	0,65	0,9	3,97	137
X5306E	125	2,91	2,82	0,88	0,99	5,23	119
X5306I	294	3,57	3,12	1,71	1,12	11,1	115
X5306C	628	5,22	4,71	2,06	1,95	15,12	139

**Tableau IV.6:** valeurs caractéristiques des distributions d'épaisseur d'alumine en fatigue mécano-thermique.

L'éprouvette X5306C, sollicitée jusqu'à 628 cycles au bout desquels l'écaillage a été constaté, présente des zones interfaciales non délaminées et un délaminage tout autour de la zone écaillée. Les valeurs qui figurent dans le tableau IV.6 ont été mesurées au milieu de la partie utile en zone non délaminée, c'est à dire le long de la génératrice opposée à celle qui coupe la zone écaillée.

Ces mesures sont reportées en fonction du temps équivalent passé à 1100°C sur la figure IV.63. Les épaisseurs d'alumine formées pendant la stabilisation thermique dynamique de chaque essai ont été calculée à l'aide de l'expression IV.2 et nous en avons déduit les épaisseurs formées effectivement pendant l'essai mécano-thermique couplé. Dans la suite la différence sera négligée, étant donné les faibles écarts entre les valeurs mesurées et les valeurs faisant abstraction de la stabilisation.





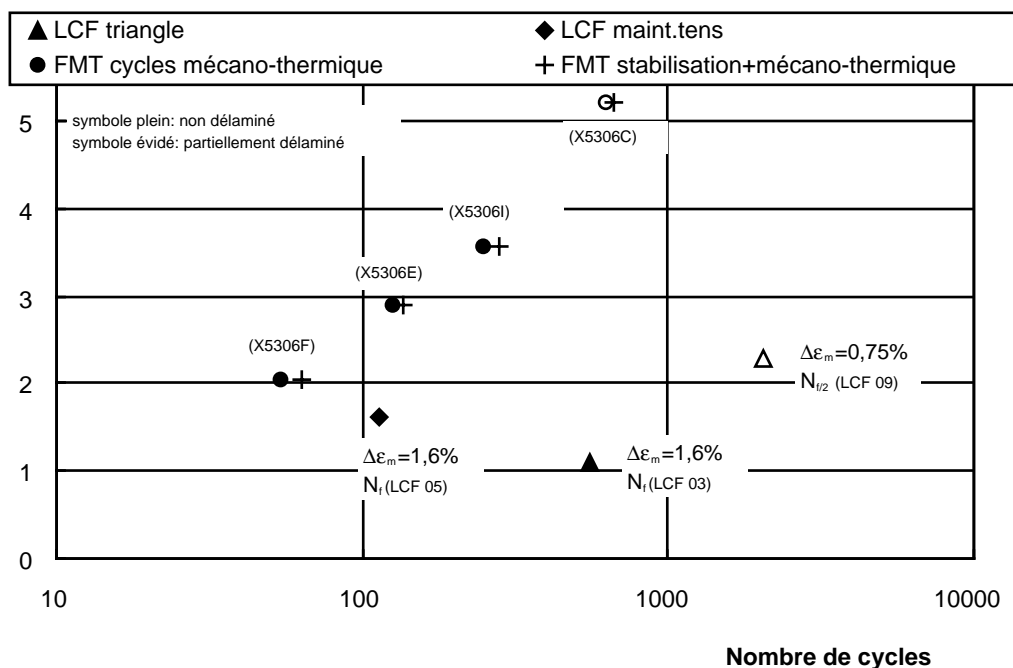
**Figure IV.63:** épaisseur d'oxyde formée en fatigue mécano-thermique. (Symbole plein: aucun délaminage, symbole évidé: délaminage ou écaillage).

Les épaisseurs d'oxyde ont également été reportées en fonction du logarithme du nombre de cycles en figure IV.64. Elles sont comparées aux valeurs obtenues en fatigue isotherme sur les éprouvettes non délaminées uniquement. Les valeurs mesurées sur des éprouvettes partiellement délaminées (LCF 09 et X5306F) en zone non délaminé ont cependant été distinguées par des symboles évidés.

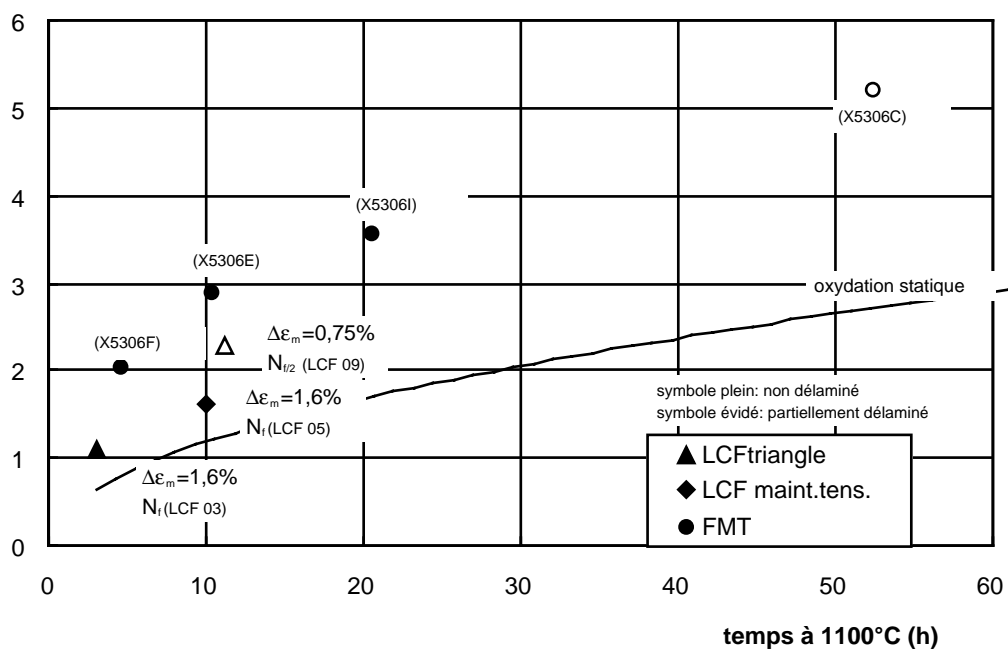
En fatigue isotherme et cycle triangle, ainsi qu'en fatigue mécano-thermique, une linéarité de l'épaisseur d'alumine en fonction du logarithme du nombre de cycles de sollicitation mécano-thermique couplée semble apparaître. La linéarité est un peu moins bonne en reportant l'épaisseur d'alumine en fonction des cycles mécano-thermiques et des cycles thermiques purs (stabilisation). En fatigue isotherme et cycle 'maint.tens.', le seul point issu d'un essai non délaminé, ne permet pas de conclure.

Les épaisseurs d'alumine ont également été comparées, pour les mêmes essais, en fonction du temps passé à 1100°C pendant l'essai (Figure IV.65). C'est le temps total de l'essai en fatigue isotherme et le temps passé au palier de 5 minutes à 1100°C en fatigue mécano-thermique.

Les épaisseurs mesurées sur les éprouvettes de fatigue mécano-thermique sont considérablement plus importantes qu'à l'issue d'une oxydation statique de même durée ou d'une sollicitation isotherme. Une interprétation de ce phénomène pourra être faite au chapitre V lorsque nous connaîtrons l'état de contrainte des couches et les mécanismes qui se produisent à chaque instant du cycle.



**Figure IV.64:** épaisseur moyenne de la couche d'alumine en fonction du nombre de cycles de fatigue mécano-thermique (FMT) et de fatigue isotherme (LCF). (Symbole plein: aucun délaminage, symbole évidé: délaminage ou écaillage).



**Figure IV.65:** épaisseur moyenne de la couche d'alumine en fonction du temps passé à 1100°C en fatigue mécano-thermique et fatigue isotherme. (Symbole plein: aucun délaminage, symbole évidé: délaminage ou écaillage).

# **Chapitre V**

## **Modélisation générale et discussion**



## **Chapitre V: Modélisation générale et discussion**

### **V.1. Introduction**

Après avoir mis en place les bases expérimentales de l'étude dans les précédents chapitres et présenté les principaux résultats expérimentaux de chaque famille d'essais, une analyse plus globale des résultats sera menée dans ce chapitre.

Pour cela, nous allons étudier les six aspects suivants.

1- Le premier paragraphe s'intéresse à l'état de contrainte d'origine thermique et mécanique subi par les quatre couches du système (substrat, sous-couche, alumine et zircone) lorsque la température ou/et les déformations mécaniques varient. Ce calcul, réalisé dans tous les cas de sollicitation explorés dans l'étude, est essentiel pour pouvoir justifier l'activation de certains mécanismes d'endommagement.

2- Le deuxième paragraphe examine l'effet de la croissance de la couche d'alumine sur l'état de contraintes du système. Il s'agit donc à présent de contraintes générées à haute température au cours de l'oxydation de la sous-couche. Ces contraintes sont souvent négligées devant les contraintes d'origines thermique et mécanique qui induisent une ruine du système bien plus spectaculaire. Cependant, elle peuvent être à l'origine d'un endommagement qui évolue à haute température, lorsque les contraintes d'origines mécanique et thermique sont faibles, et qui les rendra d'autant plus critiques lorsque'elles deviendront prépondérantes.

3- En s'appuyant sur ces calculs de contraintes, le troisième paragraphe propose une interprétation phénoménologique de l'accélération de la cinétique de croissance de la couche d'alumine dans les cas d'oxydation isotherme.

4- Le quatrième paragraphe s'intéresse aux cavités interfaciales et généralise leur germination et leur croissance de manière phénoménologique dans le cas d'oxydation isotherme également.

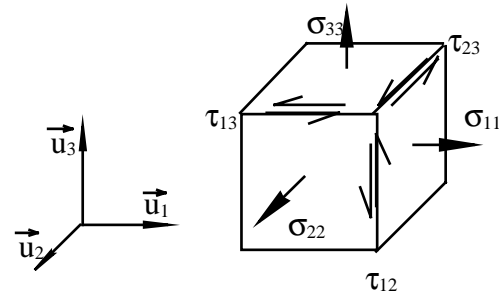
5- A l'aide des résultats de tous les précédents paragraphes, la résistance interfaciale entre l'alumine et la sous-couche sera quantifiée par un modèle micromécanique basé sur les essais sur éprouvettes AG2C.

6- Enfin, le cas de la fatigue mécano-thermique sera abordé en décomposant le cycle en deux événements critiques pouvant être décrits à l'aide des essais isothermes. Les résultats des paragraphes précédents (contraintes, cinétique d'oxydation isotherme, énergie de rupture interfaciale) nous permettront de tester des hypothèses de mécanismes d'endommagement et de proposer une modélisation micromécanique de l'activation de la cinétique d'oxydation en fatigue mécano-

thermique. Le mécanisme de rupture tout à fait particulier dans ce cas, lié à une cavitation incluse accrue, sera ensuite discuté qualitativement.

## V.2 Les contraintes d'origine thermique

Dans toute la suite, les notations des expressions V.1 et V.2 seront utilisées pour désigner respectivement un tenseur des contraintes en coordonnées cartésiennes et en coordonnées cylindriques. La figure V.1 localise les composantes du tenseur sur un élément de volume.

$$\underline{\underline{\sigma}} = \begin{bmatrix} \sigma_{11} & \tau_{12} & \tau_{13} \\ \tau_{12} & \sigma_{22} & \tau_{23} \\ \tau_{13} & \tau_{23} & \sigma_{33} \end{bmatrix} \quad \text{V.1}$$


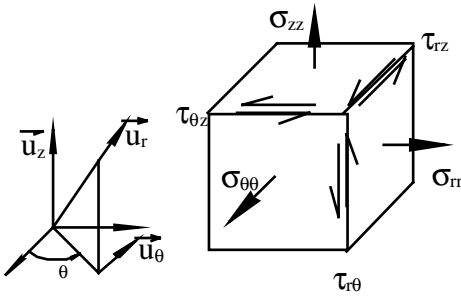
$$\underline{\underline{\sigma}} = \begin{bmatrix} \sigma_{rr} & \tau_{r\theta} & \tau_{rz} \\ \tau_{r\theta} & \sigma_{\theta\theta} & \tau_{\theta z} \\ \tau_{rz} & \tau_{\theta z} & \sigma_{zz} \end{bmatrix} \quad \text{V.2}$$


Figure V.1: tenseurs des contraintes en coordonnées cartésiennes et en coordonnées cylindriques.

Les contraintes d'origine thermique sont dues à la différence de coefficients de dilatation entre deux matériaux solidaires. Dans la suite nous les appellerons parfois abusivement 'contraintes thermiques'.

Dans le cas de revêtements minces sur un substrat massif, on considère que le substrat impose sa déformation. Le retour du système à la température ambiante après le processus de dépôt des protections, ou les variations de température imposées aux éprouvettes par les essais, induisent un bridage. La figure V.2 explicite les notations utilisées pour désigner le champ de contraintes thermiques et introduit également le comportement au bord d'une éprouvette.

Les effets de bords ne seront pas décrits puisqu'on essaye autant que possible de s'en affranchir dans l'étude par des géométries d'éprouvettes adaptées. Il faut cependant garder à l'esprit que les contraintes de cisaillement qui siègent aux extrémités des échantillons peuvent être à l'origine d'un écaillage prématuré. En particulier, les équations qui seront présentées ci-dessous montreront que les contraintes thermiques développées dans la couche d'oxyde d'un échantillon plan infini n'ont aucune composante orthogonale aux interfaces. Ainsi, l'écaillage que de nombreux auteurs (Immarigeon, Parameswaran, Chow, Morphy, 1997; Teixeira, Andritschky, Grün, Mallenern Buchkremer, Stiver, 1995) ont pu observer en oxydation cyclique sur des échantillons plans de dimensions finies doit avoir pour origine les contraintes de cisaillement thermiques ou de croissance générées par les effets de bord. Toutefois, l'ordre de grandeur des contraintes thermiques est très supérieur à celui des contraintes de croissance. L'écaillage est donc induit par les contraintes de cisaillement d'origine thermique et les durées de vie mesurées ne sont pas représentatives de la résistance interfaciale en traction pure. D'autres essais doivent être utilisés pour obtenir cette grandeur intrinsèque et ce fut le but des essais sur éprouvette AG2C et des essais d'indentation présentés au chapitre III.

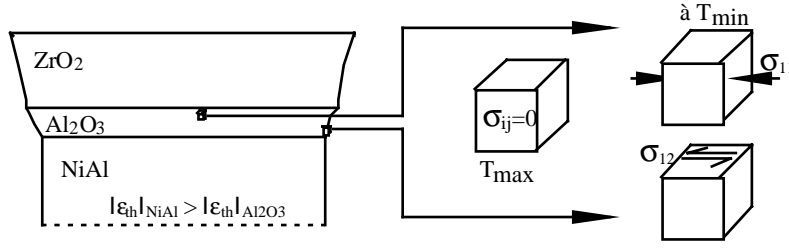


Figure V.2: contraintes d'origine thermique.

La déformation différentielle  $\varepsilon_{th,bridge}$  subie par une couche 1 déposée sur une couche 2 est la différence des déformations d'origine thermique (expression V.3).

$$\varepsilon_{bridge} = \int_{T_{initial}}^{T_{final}} [\alpha_1(T) - \alpha_2(T)] dT \quad V.3$$

où  $\alpha_1$  et  $\alpha_2$  sont les coefficients de dilatation des deux couches homogènes ne présentant pas de gradient thermique.

### V.2.1. Cas d'un substrat macroscopiquement plan

A l'origine, Oxx (1958) a calculé les contraintes qui résultent de la déformation différentielle par un modèle simple élastique et sans tenir compte de la dépendance des coefficients de dilatation thermique et des modules avec la température. Barnes, Goedjen et Shores (1989) en ont tenu compte par la suite et ont obtenu les expressions I.4 et I.5 par un calcul élastique pour les contraintes dans l'oxyde et dans le métal.

$$\sigma_{11,ox} = - \int_{T_i}^{T_f} \frac{\frac{E_{ox}(T)}{1 - \nu_{ox}} (\alpha_{ox}(T) - \alpha_m(T))}{1 + \frac{e_{ox}}{e_m} \frac{E_m(T) (1 - \nu_{ox})}{E_{ox}(T) (1 - \nu_m)}} dT \quad V.4$$

$$\sigma_{11,m} = - \int_{T_i}^{T_f} \frac{\frac{E_m(T)}{1 - \nu_m} (\alpha_m(T) - \alpha_{ox}(T))}{1 + \frac{e_m}{e_{ox}} \frac{E_m(T) (1 - \nu_{ox})}{E_{ox}(T) (1 - \nu_m)}} dT \quad V.5$$

où  $T$  est la température;  
 $E_i$  est le module d'Young de l'oxyde ou du métal;  
 $\nu_i$  est le module de Poisson;  
 $\alpha_i$  est le coefficient de dilatation thermique;  
 $e_i$  est l'épaisseur de la couche  $i$ .

Barnes, Goedjen et Shores (1989) considèrent également que la plasticité de l'oxyde est négligeable devant la plasticité du métal dont ils tiennent compte dans une extension du modèle.

Ces hypothèses sont conformes à l'orientation prise dans ce travail qui considère l'alumine comme élastique fragile et la sous-couche comme viscoplastique au-delà de sa température de transition ductile-fragile.

La méthode proposée par Barnes *et al.* est itérative. Une courbe de refroidissement Température-Temps a été discrétisée en intervalles de 5s. La procédure de calcul suivante est donc appliquée successivement à chaque intervalle:

- la contrainte moyenne dans l'oxyde est calculée par l'expression V.4;
- la contrainte moyenne est corrigée en s'appuyant sur des résultats de Stout, Gerberich, Lin, Lii (1986). Ceux-ci ont déterminé par éléments finis le profil de contraintes dans l'oxyde à partir de la contrainte moyenne de l'expression V.4 (Figure V.3). La contrainte interfaciale de l'oxyde est donc connue;

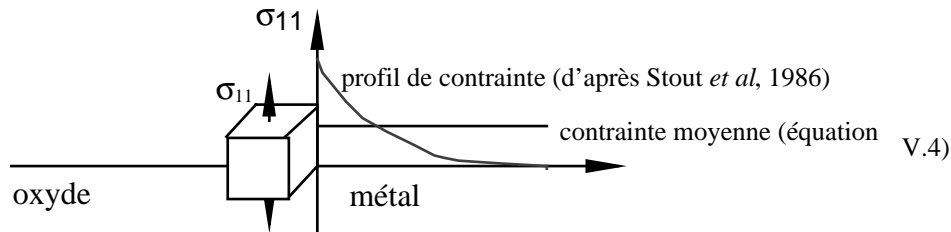


Figure V.3: allure du profil de contrainte dans le métal d'après l'équation IV.4 et d'après le modèle de Stout *et al*

- la contrainte interfaciale est utilisée pour calculer la déformation de fluage par les expressions V.6 et V.7 qui traduisent respectivement le fluage-dislocation, le fluage par diffusion volumique (Modèle de Herring-Nabarro) et le fluage par diffusion aux joints de grains (Modèle de Coble):

$$\dot{\epsilon} = A \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \cdot \left(\frac{\sigma_s}{G}\right)^n \quad \text{V.6}$$

$$\dot{\epsilon} = B \frac{\sigma_s \Omega}{kTd^2} D_v \left(1 + \frac{\pi \delta D_{jdg}}{dD_v}\right) \quad \text{V.7}$$

- où
- A, B et n sont des constantes;
  - Q est l'énergie d'activation;
  - R est la constante des gaz parfaits;
  - $\sigma_s$  est la contrainte de cisaillement;
  - G est le module de cisaillement;
  - $\Omega$  est le volume atomique du métal;
  - k est la constante de Boltzmann;
  - d est le diamètre d'un grain du métal;
  - $\delta$  est l'épaisseur d'un joint de grain du métal;
  - $D_v$  et  $D_{jdg}$  sont les coefficients de diffusion volumique aux joints de grains;

- la déformation de fluage est soustraite à la déformation actuelle du métal et la contrainte moyenne est recalculée en écrivant l'équilibre des forces;
- la procédure reprend sur l'intervalle suivant.

Une dernière correction peut être apportée à ces modèles en tenant compte d'un éventuel gradient de température dans l'oxyde. Les barrières thermiques sollicitées en conditions anisothermes sont particulièrement sujettes à cet inconvénient puisque la couche de céramique ralentit les transferts thermiques venant de la source de chaleur à l'extérieur des éprouvettes. Nous avons indiqué au chapitre IV sur les éprouvettes de fatigue mécano-thermique de 1mm d'épaisseur de paroi, une



différence de température de 20°C environ. Des défauts interfaciaux et en particulier une décohésion, peuvent également être à l'origine de gradients de température dans les couches. En effet, en introduisant des milieux de plus faible conductivité thermique tel que l'air, les conditions de transfert thermique du système sont modifiées.

Huntz (1995) introduit un terme correctif  $\Delta\sigma_{ox}$  (expression V.8) en supposant que le coefficient de dilatation dans l'oxyde est constant.

$$\Delta\sigma_{ox} = \frac{E_{ox}}{1 - \nu_{ox}} \alpha_{ox} \Delta T \quad V.8$$

### V.2.2. Cas d'un substrat présentant un rayon de courbure macroscopique

Le rayon de courbure de l'éprouvette engendre des contraintes radiales dans les différentes couches du système, qui sont la résultante des contraintes  $\sigma_{11}$  colinéaires aux interfaces lorsque le métal est plan. La figure I.4 illustre ce phénomène pour la couche d'alumine. La résultante des contraintes ortho-radiales  $\sigma_{\theta\theta}$  de compression est une composante radiale  $\sigma_{rr}$  qui tend à décoller l'oxyde de la sous-couche.

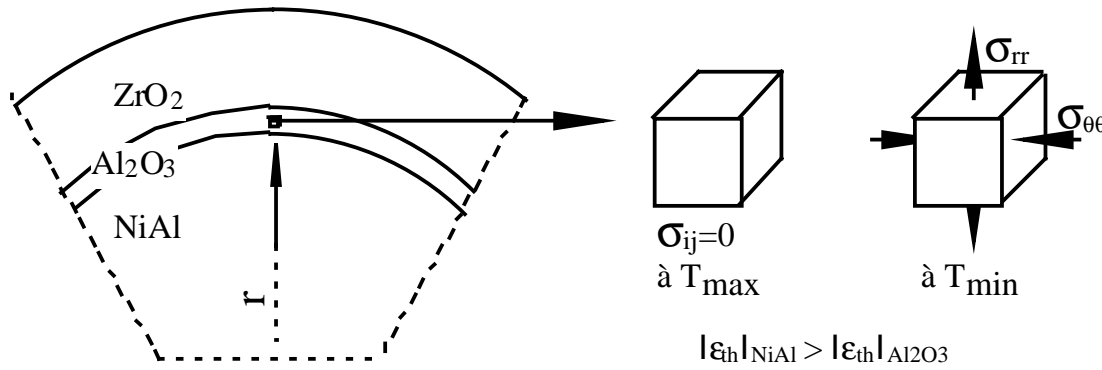


Figure V.4: génération de contraintes radiales par l'effet du rayon de courbure.

Un calcul élastique issu de la théorie de l'élasticité de Timoshenko (1950) est présenté par Evans, Crumley et Demaray (1983) en considérant le déplacement en coordonnées cylindriques. Il est établi en utilisant une séquence d'Eshelby qui consiste à considérer tout d'abord un substrat métallique cylindrique et une couronne d'oxyde non adhérente au substrat. Les déformations thermiques dans les deux couches n'entraînent pas de contrainte. Dans une seconde étape, des contraintes ortho-radiales sont appliquées et induisent des déplacements. Lorsque le contact entre les deux couches est virtuellement rétabli, les contraintes virtuelles sont égales aux contraintes thermiques. La solution donnée par les expressions V.9 et V.10 est un cas particulier lorsque l'épaisseur du revêtement est négligeable devant l'épaisseur du substrat.

$$\sigma_{\theta\theta, ox} = \sigma_{zz, ox} = -\frac{E_{ox} \Delta \epsilon}{1 - \nu_{ox}} \quad V.9$$

$$\sigma_{rr,ox} = \frac{E_{ox} \Delta \epsilon}{2(1-\nu_{ox})} \left( \frac{e_{ox}}{R} \right) \quad V.10$$

Ces relations ne permettent cependant pas d'introduire la relaxation des contraintes par le fluage de la sous-couche puisque le substrat et la sous-couche sont confondus.

Le calcul rigoureux des contraintes développées sur un système cylindrique multicouche doit faire intervenir un formalisme analogue à celui développé par Kerkhoff, Vaßen, Funke et Stöver (1998) pour exprimer les contraintes développées par un gradient de température sur substrat courbe.

Ils établissent des expressions des contraintes dans un système cylindrique à trois couches en fonction du rayon en coordonnées cylindriques par la résolution de l'équation différentielle donnée par l'expression V.11.

$$\frac{d\sigma_{rr}}{dr} + \frac{\sigma_{rr} - \sigma_{\theta\theta}}{r} = 0 \quad V.11$$

L'expression des déplacements permet de simplifier cette expression et d'aboutir aux résultats suivants (expressions V.12 et V.13).

$$\sigma_{rr}(r) = -\frac{\alpha E}{1-\nu} \frac{1}{r^2} \int_{r_{min}}^r T(r') r' dr' + \frac{E}{1+\nu} \left( \frac{C_1}{1-2\nu} - \frac{C_2}{r^2} \right) \quad V.12$$

$$\sigma_{\theta\theta}(r) = -\frac{\alpha E}{1-\nu} \frac{1}{r^2} \int_{r_{min}}^r T(r') r' dr' - \frac{\alpha E T(r)}{1-\nu} + \frac{E}{1+\nu} \left( \frac{C_1}{1-2\nu} - \frac{C_2}{r^2} \right) \quad V.13$$

Cette approche a l'avantage de décrire l'état de contrainte dans toutes les couches d'une barrière thermique en fonction de la coordonnée radiale  $r$ . L'expression des conditions limites du système, c'est à dire la continuité aux interfaces de la contrainte radiale et des déplacements radiaux, ainsi que l'annulation de la contrainte radiale à la surface de la barrière thermique permettent de déterminer les coefficients  $C_i$ , pour chaque couche. Avec un système à quatre couches (substrat, sous-couche, oxyde et céramique) la détermination des coefficients revient à inverser une matrice  $8 \times 8$  non symétrique, nécessitant donc la programmation de méthodes de résolution de systèmes linéaires.

### **V.2.3. Position adoptée dans ce travail**

Etant donné la multiplicité des approches utilisées habituellement pour des systèmes métal-oxyde ou barrière thermique et les plus ou moins nombreuses approximations réalisées, il est nécessaire de choisir une orientation pour le calcul de cette étude. Le but n'est pas de donner une description la plus précise qui soit des contraintes mais de tenir compte de manière simple des phénomènes les plus significatifs.

Dans une hypothèse d'iso-déformation entre les quatre couches de notre barrière thermique, il est absolument nécessaire de tenir compte de la visco-plasticité de la sous-couche à haute température.

Le rayon de courbure macroscopique du substrat doit également être introduit et contrairement à Evans, Crumley et Demaray (1983) qui ne considèrent qu'un système métal-oxyde, il faut tenir

compte de toutes les couches de la barrière thermique. Afin d'éviter d'avoir recours à des méthodes numériques lourdes, comme celles de Kerkhoff, Vaßen, Funke et Stöver (1998), nous utiliserons un calcul simplifié sans avoir recours aux déplacements locaux dans les couches.

Le calcul viscoplastique sera effectué selon deux trajets thermiques afin de connaître l'état de contraintes relatif à deux situations:

- le système à température ambiante après un vieillissement statique à 1100°C. L'enregistrement de la température de l'éprouvette en fonction du temps lors d'un refroidissement à four coupé a été présenté au paragraphe III.3.2.1.1. Les contraintes qui résultent de ce calcul donnent l'état du système;
- le système au cours d'un cycle thermique de fatigue anisotherme.

Considérons un composite à quatre barres superposées défini par la figure V.5. Les hypothèses de calcul sont les suivantes:

- le matériau de chaque barre est homogène;
- les contraintes sont uniformes dans chaque barre;
- la déformation et la vitesse de déformation sont imposées par le substrat;
- la température est uniforme dans toute l'éprouvette pendant un refroidissement de 1100°C à l'ambiante et il existe un gradient dans les oxydes (alumine et zircon) au cours d'un cycle anisotherme;
- la sous-couche est viscoplastique entre 1100°C et 750°C (température de transition ductile-fragile) et élastique en-dessous de 750°C. L'alumine et la céramique sont élastiques quelle que soit la température;
- le système est sans contrainte à 1100°C.

substrat	NiAl	alumine	zircon
barre 1	barre 2		barre 4

Figure V.5: discrétisation du système en quatre barres.

La loi viscoplastique utilisée pour NiAl est issue de la bibliographie (paragraphe I.2.3.1.3). Nous n'utilisons pas la loi établie au chapitre II, à l'aide des éprouvettes minces, car elle demanderait des mesures sur les épaisseurs coalescées de l'AM1. Nous simplifions le calcul en utilisant une loi qui ne fait pas intervenir autant de paramètres physiques.

Nous tiendrons compte de la relaxation des contraintes dans l'alumine et la zircon consécutive au fluage de la sous-couche. La procédure de calcul utilisée pour exprimer ce phénomène s'inspire des travaux de Barnes, Goedjen et Shores (1989) (voir le paragraphe V.2.1).

#### **V.2.4. Ordres de grandeur des contraintes thermiques**

Les contraintes thermiques développées par l'oxydation à 1100°C du NiCoCrAl ont été quantifiées par Diot, Choquet et Mévrel (1989). Ils obtiennent une contrainte de compression dans l'oxyde de -5700MPa. D'autres références peuvent être trouvées dans la thèse de Messaoudi (1997).

Devant des résultats d'une telle amplitude qui dépassent parfois les valeurs des contraintes de rupture d'oxydes courants, Nix (1989) indique que les propriétés mécaniques d'oxydes en couches minces sont améliorées par rapport aux oxydes massifs. Les raisons invoquées sont:

- la taille de grains plus faible (Loi de Hall-Petch , expression I.6);
- la présence du substrat métallique qui constitue un obstacle pour les dislocations;
- l'effet de volume (paragraphe II.2.4).

Les résultats de Barnes *et al* (1989) en viscoplasticité dépendent de la vitesse de refroidissement. Pour un système Ni-30Cr/Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, la contrainte de compression à température ambiante dans l'oxyde formé à 1000°C est de l'ordre de -4500MPa par le calcul élastique et de l'ordre de -3200MPa en tenant compte du fluage du métal lors d'un refroidissement très lent.

### **V.2.5. Cas d'une interface oxyde/métal non régulière**

Dans tous les cas précédents, les expressions des contraintes sont établies dans l'hypothèse d'une interface régulière, plane ou courbe. Les micrographies présentées au cours des quatre chapitres précédents montrent que l'interface peut parfois présenter une forte ondulation. Les contraintes interfaciales sont modifiées d'une part en raison des ondulations, d'autre part en raison de défauts interfaciaux tels que les cavités. Le problème des cavités est d'une grande importance dans cette étude et sera traité au paragraphe V.5.

Il existe des ébauches de modèles intégrant une ondulation périodique de l'interface (Evans, Crumley et Demaray, 1983) mais Evans (1995) souligne les limites de ces approches. Néanmoins, on peut supposer que la taille de la zone affectée par une ondulation interfaciale de part et d'autre de l'interface sera du même ordre de grandeur que la longueur d'onde de l'ondulation. D'autre part l'amplitude de la perturbation est inversement proportionnelle au rayon de courbure local.

Dans le cas du système de l'étude, nous avons analysé les résultats obtenus par les essais d'indentation présentés au chapitre III. L'effet de la courbure locale de l'interface a été discuté au paragraphe III.3.4.3. En toute rigueur, elle devrait être prise en considération, surtout pour une courbure concave par rapport à la sous-couche, cas qui a été prouvé favorable au développement de longues fissures. Cependant, cet effet sera négligé dans toute la suite du travail et seul le rayon de courbure macroscopique du substrat sera pris en compte.

### **V.2.6. Calcul des contraintes tangentielles d'origines thermique et mécanique du système de l'étude**

Ce paragraphe présente les résultats de calculs de l'état de contraintes tangentielles réalisés dans toutes les conditions subies par les éprouvettes de l'étude, à savoir:

- 1- état à température ambiante après un refroidissement depuis 1100°C à four coupé consécutif à un traitement d'oxydation statique ou au dépôt de la barrière thermique. Cela concerne les échantillons plans vieillis et les éprouvettes AG2C;

- 2- état pendant une séquence de stabilisation thermique dynamique à charge nulle selon le cycle de fatigue mécano-thermique;
- 3- état pendant une séquence de fatigue mécano-thermique où le cycle thermique se combine au cycle mécanique;

Les points deux et trois donnent l'état de contrainte d'une éprouvette de fatigue mécano-thermique jusqu'à la fin de l'essai puisque chaque cycle comprend un refroidissement jusqu'à 100°C, température pouvant être considérée comme presque égale à la température ambiante du point de vue des propriétés des matériaux;

- 4- état de contrainte d'origine mécanique pendant une séquence de fatigue oligocyclique isotherme selon le cycle triangle.
- 5- état de contraintes d'origine mécanique pendant une séquence de fatigue oligocyclique isotherme selon le cycle maint.tens.

Les points quatre et cinq donnent l'état de contrainte d'une éprouvette de fatigue oligocyclique pendant l'essai. A la fin de l'essai, le retour à température ambiante doit être pris en compte par le calcul effectué au point n°1.

Dans les deux premiers cas, on supposera que les contraintes longitudinales d'origine thermique (direction zz) sont égales aux contraintes ortho-radiales d'origine thermique et à plus forte raison, sur un substrat plan, aux contraintes tangentielles. Cela revient à considérer un état de contraintes d'origine thermique orthotrope. Dans le cas d'un substrat plan, la composante normale est nulle alors que dans le cas d'un substrat courbe, notre hypothèse revient à ce que seules les contraintes radiales soient affectées par la courbure.

Dans les cas trois à cinq, la déformation mécanique se superpose à la sollicitation thermique ou bien existe sans variation thermique (cas 4 et 5).

Le comportement de l'éprouvette soumise à des sollicitations couplées n'est pas linéaire en raison de la visco-plasticité de la sous-couche. Ainsi, pour obtenir le comportement sous une sollicitation de fatigue mécano-thermique, on ne peut pas additionner le comportement obtenu sous des sollicitations thermiques ou mécaniques non couplées.

D'autre part, en présence d'une sollicitation mécanique, l'état de contrainte ne peut absolument plus être considéré comme orthotrope et il se développe un état fortement triaxial. Dans le cas de l'essai de fatigue oligocyclique isotherme, l'éprouvette est sans contrainte d'origine thermique pendant tout l'essai. Une traction longitudinale selon l'axe zz de l'éprouvette aura pour effet de générer des contraintes de traction dans la direction zz. Par l'effet du coefficient de Poisson, la déformation longitudinale induit une déformation radiale qui tend à diminuer la section de l'éprouvette. Nous considérerons que l'oxyde et la zircone se comportent comme une enveloppe rigide solidaire du substrat et de la sous-couche qui subissent l'effet du coefficient de Poisson. Il en résulte donc des contraintes de compression ortho-radiales dans les deux oxydes et des contraintes normales qui tendent à décoller les oxydes de la sous-couche.

### V.2.6.1. Formalisme du calcul des contraintes tangentielles

Le modèle à deux barres, représentant le substrat et une protection viscoplastique, est développé dans l'annexe 8. Le calcul de la contrainte dans l'aluminiure est incrémental. Ainsi, l'accroissement de la contrainte tangentielle  $\sigma_{22}$  est donnée par l'expression V.14.

$$d\sigma_{22, \text{NiAl}} = \frac{E_{\text{NiAl}}}{1 - \nu_{\text{NiAl}}} \left[ \frac{|\sigma_{22, \text{NiAl}}|^{n+1}}{2K^n(T) \cdot \sigma_{22, \text{NiAl}}} dt + (\alpha_{\text{AM1}} - \alpha_{\text{NiAl}}) dT \right] \quad \text{V.14}$$

où  $\sigma_{\text{NiAl}}$  est la contrainte ortho-radiale dans la protection;  
 $E_{\text{NiAl}}$  est le module d'Young de la protection;  
 $K$  et  $n$  sont les paramètres de la loi de viscoplasticité de la protection (définis au chapitre I);  
 $\alpha_i$  sont les coefficients de dilatation thermiques des deux couches;  
 $T$  est la température;  
 $t$  est le temps;

Les contraintes dans les couches d'oxydes et de zircon sont données par l'expression suivante, où l'indice  $i$  est relatif à la couche  $i$ .

$$d\sigma_{22, i} = \frac{E_i}{1 - \nu_i} [(\alpha_{\text{AM1}} - \alpha_i) dT] \quad \text{V.15}$$

Cette contrainte issue d'un calcul élastique peut être relaxée par le fluage de la sous-couche. Le substrat constitue le référentiel du système puisqu'il impose sa déformation, mais pour le calcul de la relaxation de la contrainte dans l'oxyde, un changement de référentiel est effectué. Il devient la sous-couche qui est soumise à la contrainte  $\sigma_{22, \text{oxyde}} - \sigma_{22, \text{NiAl}}$ .

La contrainte dans l'oxyde à la fin de la période de fluage est donnée par l'expression suivante:

$$d\sigma_{22, \text{oxyde}} = \frac{E_{\text{oxyde}}}{1 - \nu_{\text{oxyde}}} \left[ \frac{|\sigma_{22, \text{NiAl}} - \sigma_{22, \text{oxyde}}|^{n+1}}{2K^n(T) \cdot (\sigma_{22, \text{NiAl}} - \sigma_{22, \text{oxyde}})} \right] dt \quad \text{V.16}$$

### V.2.6.2. Calcul lors d'un refroidissement à four coupé.

La température de l'éprouvette lors du refroidissement a été déterminée au paragraphe III.3.2.1.1. On supposera que ce trajet thermique est également suivi après l'élaboration des revêtements, ce qui nous permet d'avoir une estimation de l'état de contrainte du système brut d'élaboration.

Le graphe de la figure V.6 reprend le trajet thermique suivi par l'éprouvette au cours du refroidissement. Ce graphe avait déjà été présenté en figure III.10.

Les graphes des figures V.7 à V.10 présentent respectivement les déformations thermiques de chaque couche lors du refroidissement de 1100°C à 25°C, les déformations différentielles par rapport au substrat et qui sont génératrices des contraintes thermiques, la comparaison entre les contraintes

thermiques dans NiAl à l'issue d'un calcul élastique et viscoplastique et la comparaison entre les contraintes dans l'oxyde et la zircone obtenues par un calcul élastique et par un calcul viscoplastique.

La figure V.10 montre que les contraintes dans le système à température ambiante sont maximales en compression dans la couche d'oxyde. Elles atteignent -3000MPa dans le cas du calcul élastique et sont relaxées à -2000 MPa en viscoplasticité.

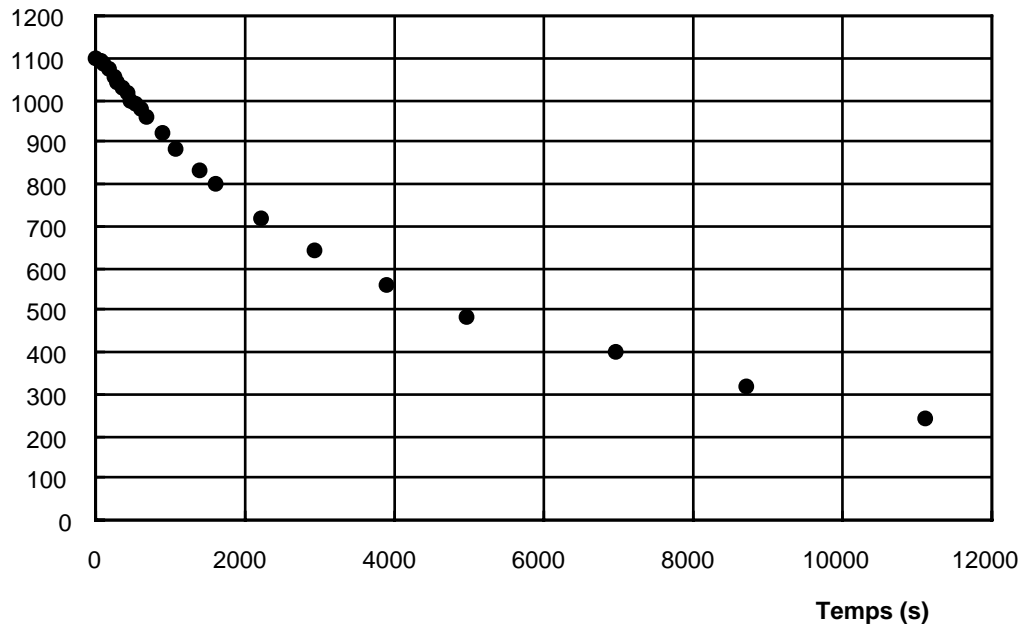


Figure V.6: température de l'éprouvette AG2C au cours du refroidissement à four coupé.

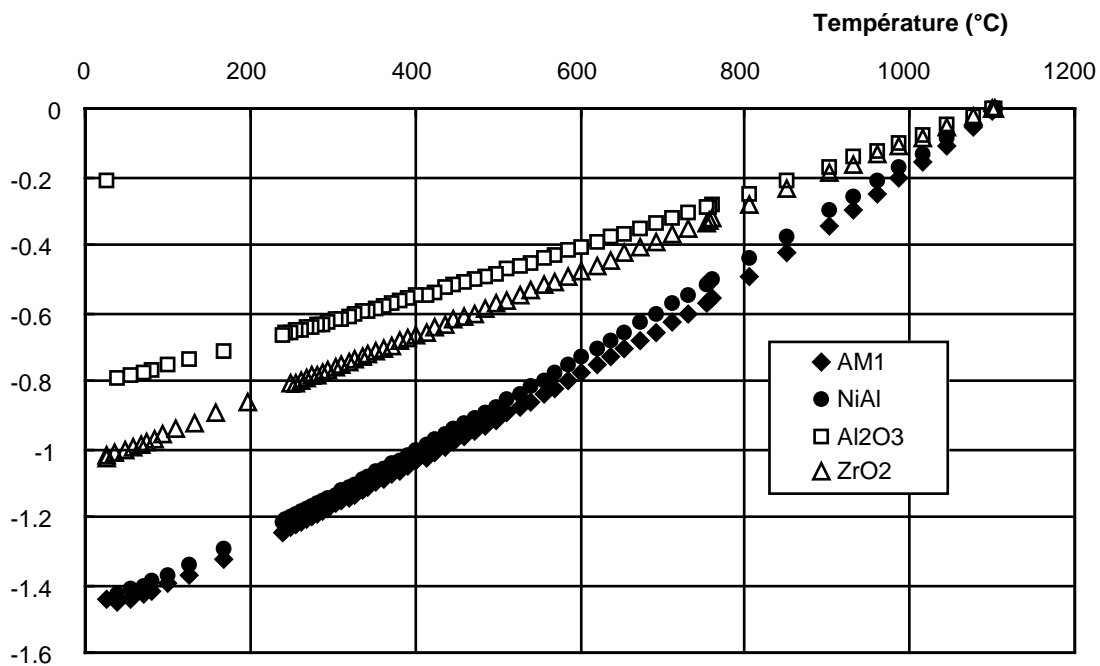
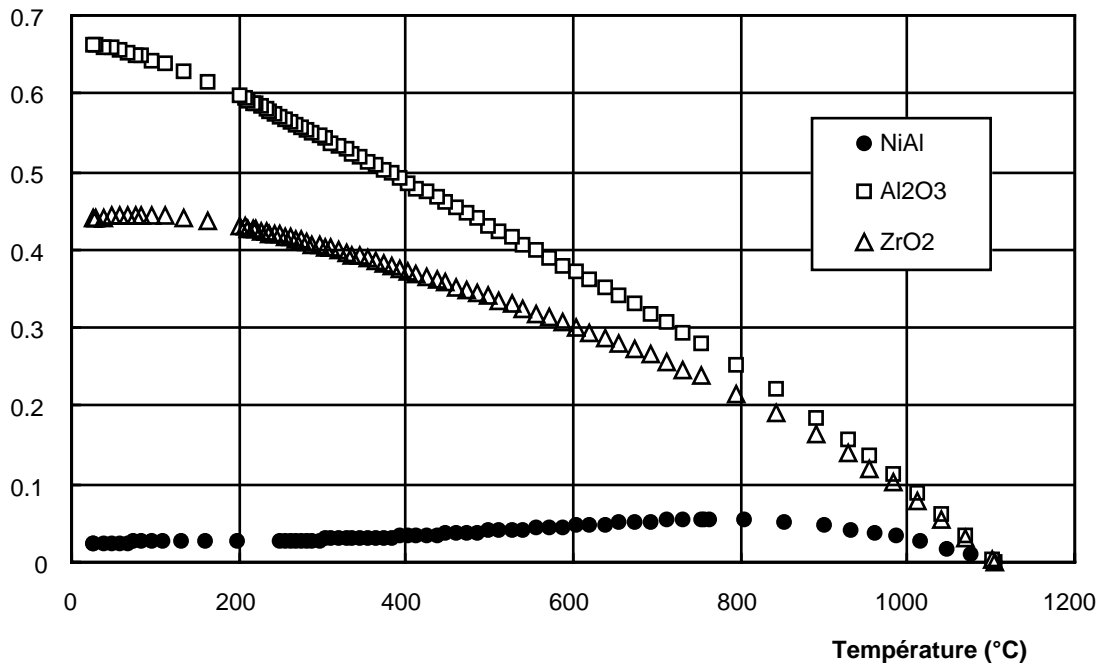
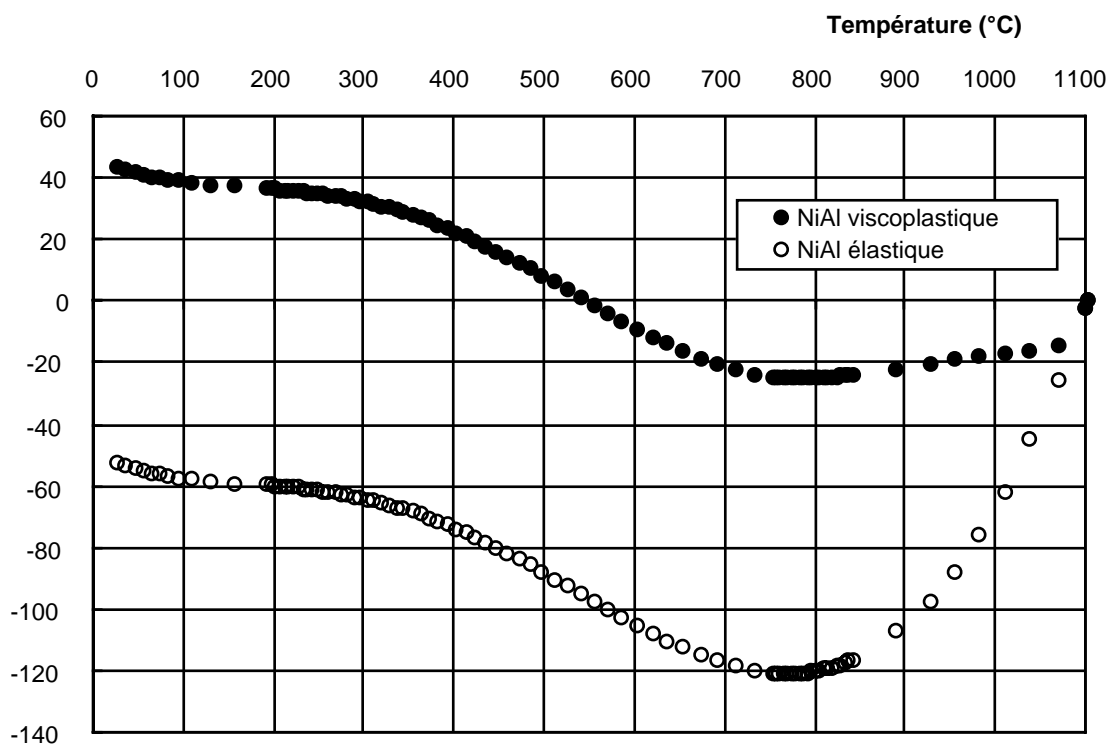


Figure V.7: déformations d'origine thermique dans les quatre couches pour un refroidissement de 1100°C à 25°C.

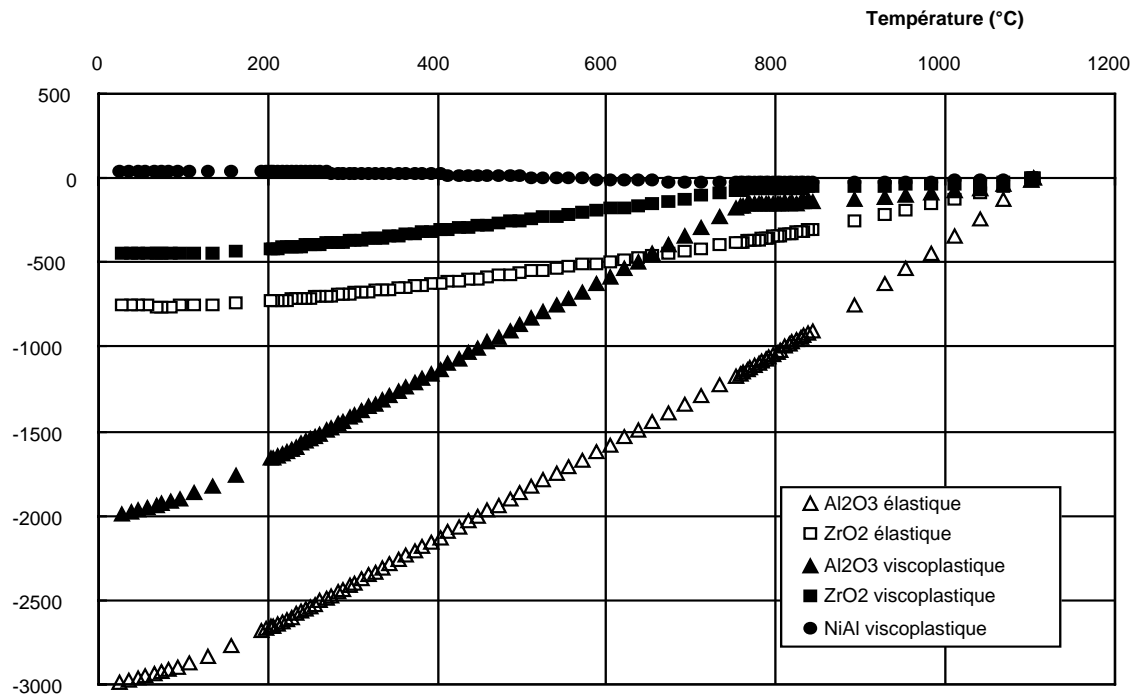


**Figure V.8:** déformations différentielles d'origine thermique par rapport au substrat pour un refroidissement de 1100°C à 25°C.



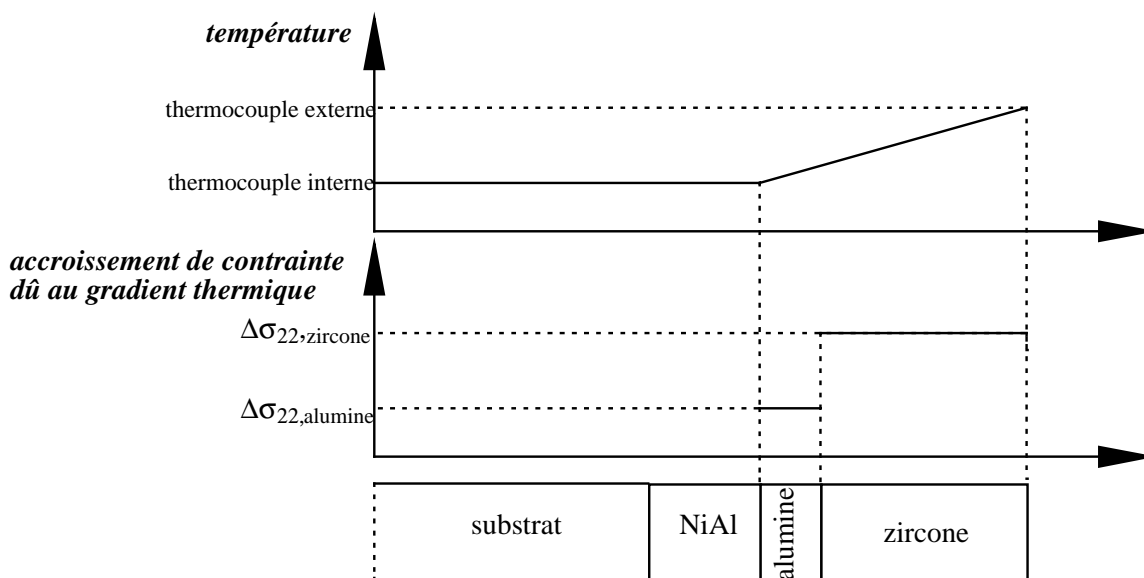
**Figure V.9:** contraintes tangentielles d'origine thermique dans la couche NiAl pour un refroidissement de 1100°C à 25°C, dans le cas d'un calcul élastique et d'un calcul viscoplastique..





**Figure V.10:** contraintes tangentielles d'origine thermique dans la couche NiAl (viscoplastique) et les couches d'alumine et de zircon (élastique et viscoplastique), pour un refroidissement de 1100°C à 25°C.

#### V.2.6.3. Calcul pendant un cycle thermique anisotherme à contrainte nulle.



**Figure V.11:** profil de température utilisé pour le calcul à travers la barrière thermique et accroissement de la contrainte tangentielle qui en résulte.

La figure IV.4 est utilisée pour définir le trajet thermique au cours d'un cycle anisotherme. L'écart de température à travers la paroi de l'éprouvette est donné par la figure IV.5. Pour quantifier l'amplitude du gradient thermique existant dans les couches,

il faudrait tenir compte des coefficients de diffusivité thermique de chaque couche. Nous supposons que le gradient de température est continu, dérivable et entièrement localisé dans l'alumine et la zircone et que la température est homogène dans les autres couches. Cela revient à la situation décrite par le schéma de la figure V.11.

Les lois d'évolution de la température avec le temps, des thermocouples interne et externe sont données respectivement par les expressions suivantes:

$$T_{\text{int}} = 5t + 100 \quad t \in [0, 200]; \quad T_{\text{int}} = 1100 \quad t \in [200, 500]; \quad T_{\text{int}} = -5t + 3600 \quad t \in [500, 700] \quad \text{V.17}$$

$$T_{\text{ext}} = 5,425t + 85 \quad t \in [0, 200]; \quad T_{\text{ext}} = -0,133t + 1196,66 \quad t \in [200, 500];$$

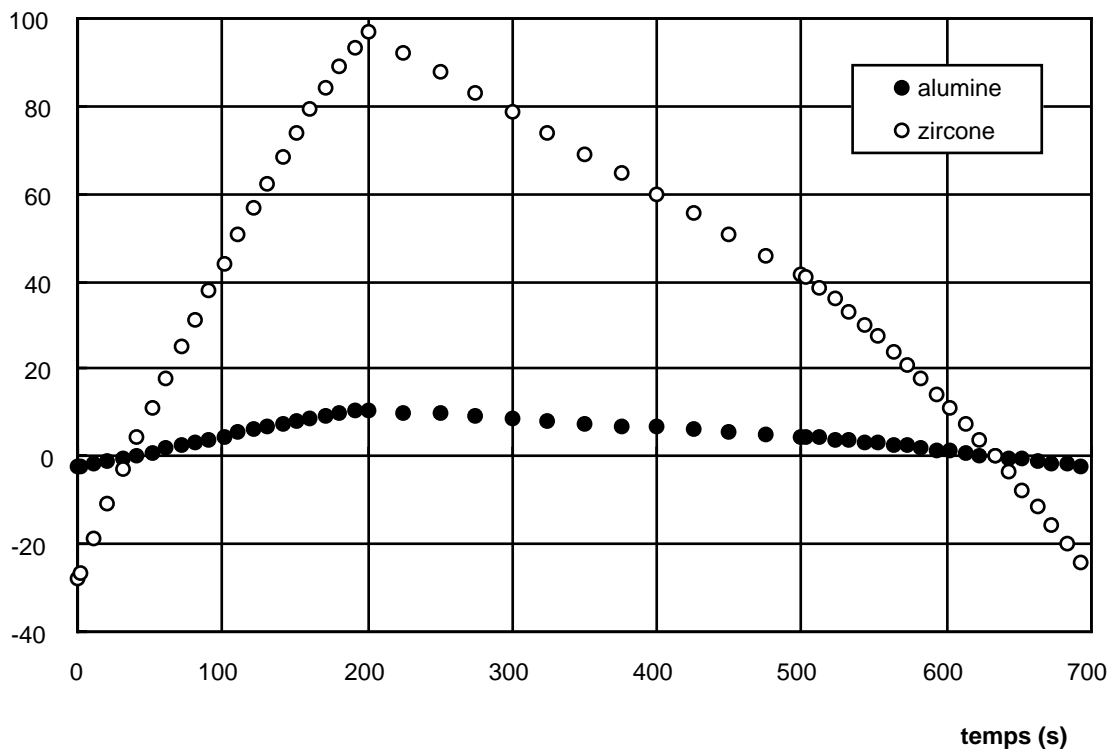
$$T_{\text{ext}} = -5,225t + 3742,5 \quad t \in [500, 700] \quad \text{V.18}$$

Comme le montre également la figure V.11, le gradient de température est pris en compte de manière simple en utilisant l'expression V.8. La température du thermocouple interne sera donc utilisée pour le calcul de toutes les déformations différentielles et les contraintes tangentielles dans l'oxyde et la zircone seront majorées à chaque instant d'un terme correctif:

$$\Delta\sigma_{22,i} = \frac{e_i}{e_{\text{ox}} + e_{\text{zircone}}} \frac{E_i}{1 - \nu_i} \alpha_i [T_{\text{externe}} - T_{\text{interne}}] \quad \text{V.19}$$

où  $e_i$  est l'épaisseur de la couche  $i$ .

Ces termes correctifs sont représentés en fonction du temps sur la figure V.12.



**Figure V.12:** amplitude des termes correctifs de la contrainte tangentielle dus au gradient de température dans les oxydes, dans l'alumine et la zircone lors d'un cycle anisotherme.

La dilatation des différentes couches lors du cycle thermique conduit aux déformations d'origine thermique représentées sur la figure V.13. Les dilatations différentielles entre les couches de la barrière thermique et l'AM1 mènent aux déformations différentielles de bridage représentées sur la figure V.14.

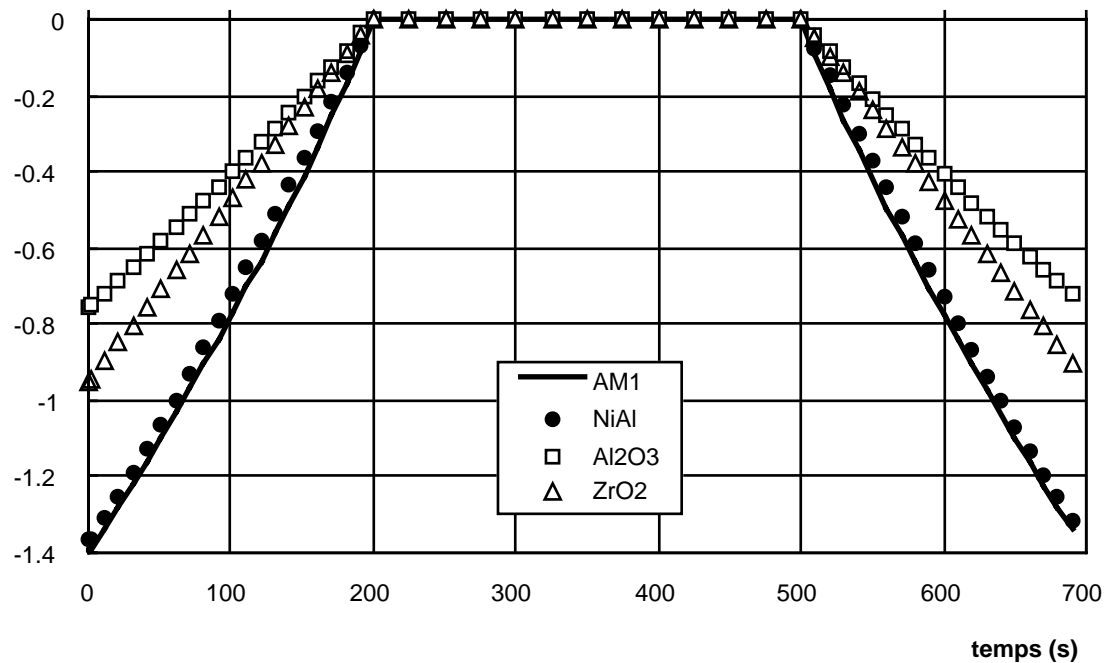


Figure V.13: déformations tangentielles d'origine thermique dans les quatre couches pendant un cycle anisotherme.

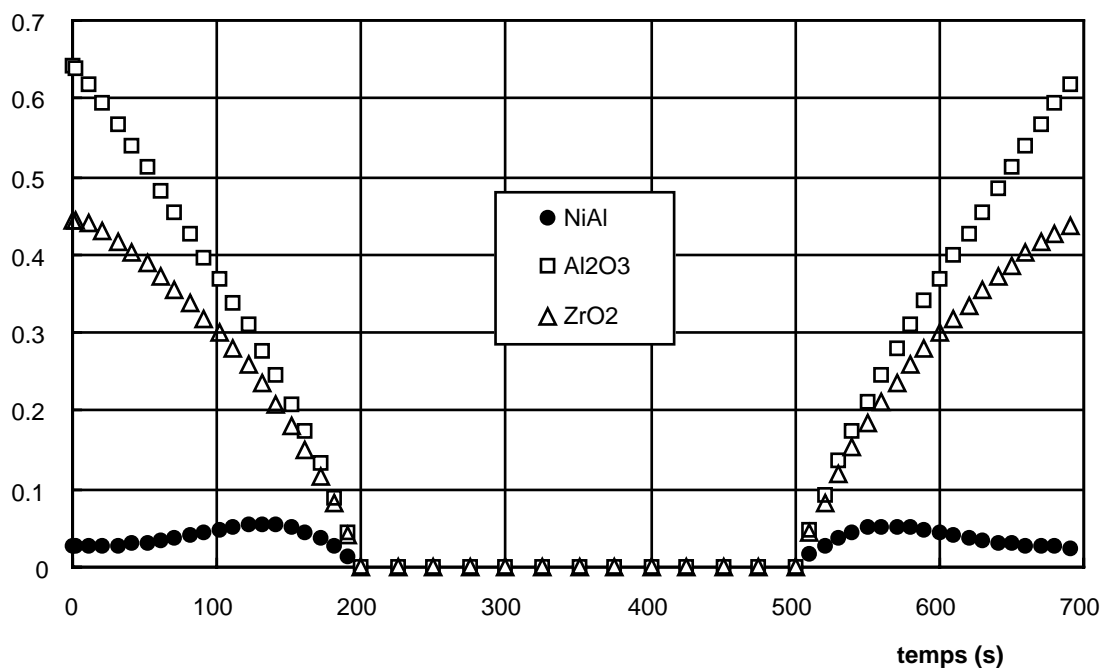


Figure V.14: déformations différentielles tangentielles d'origine thermique par rapport au substrat pendant un cycle anisotherme.

L'état de contrainte initial est donné par le calcul précédent, lors d'un refroidissement de 1100°C (élaboration de l'éprouvette) à 100°C. Ces températures sont indiquées pour le thermocouple interne. Pour le premier cycle de sollicitation, nous avons donc:

$$\sigma_{th,22,NiAl}=38\text{MPa};$$

$$\sigma_{th,22,alumine}=-1888+\Delta\sigma_{22,alumine}=-1890\text{MPa};$$

$$\sigma_{th,22,zircone}=-447+\Delta\sigma_{22,zircone}=-475\text{MPa}.$$

Les figures V.15 et V.16 montrent les contraintes dans les couches calculées avec cet état initial pendant le premier cycle de sollicitation. On remarque notamment la différence introduite par la viscoplasticité de la sous-couche dans le calcul des contraintes dans la sous-couche sur la figure V.15. La figure V.16 présente les contraintes tangentielles dans les deux oxydes, calculées par la méthode explicitée au paragraphe V.2.6.

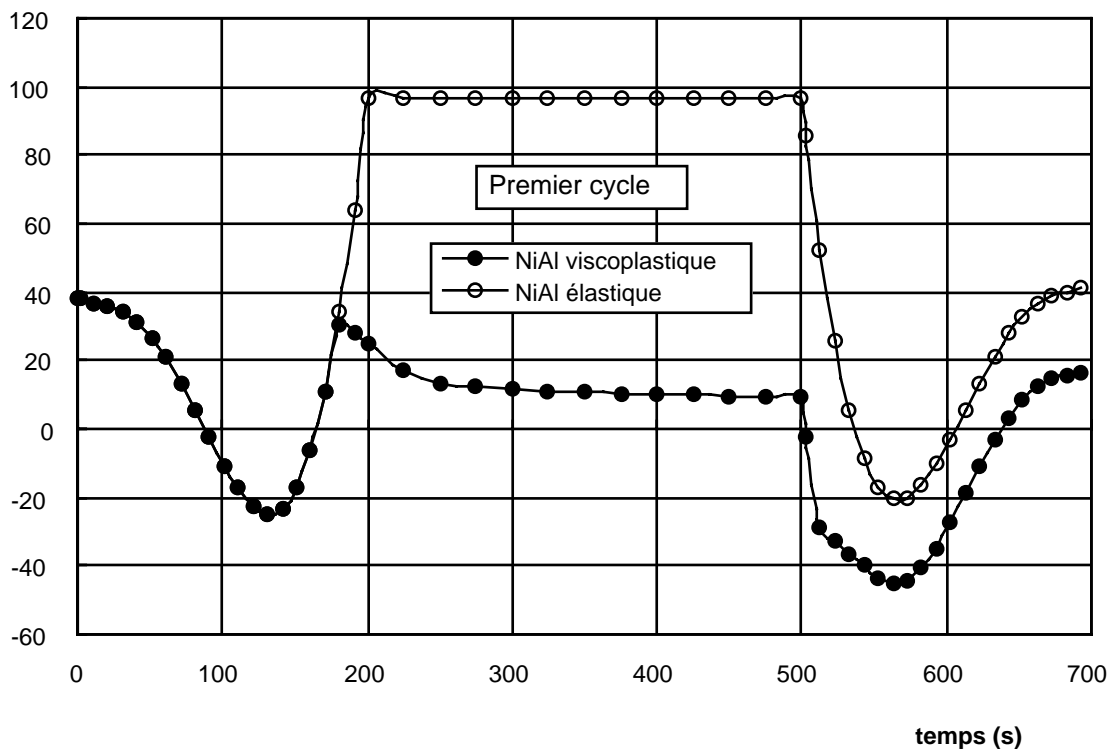
A la fin du premier cycle, l'état de contrainte est le suivant:

$$\sigma_{th,22,NiAl}=17\text{MPa};$$

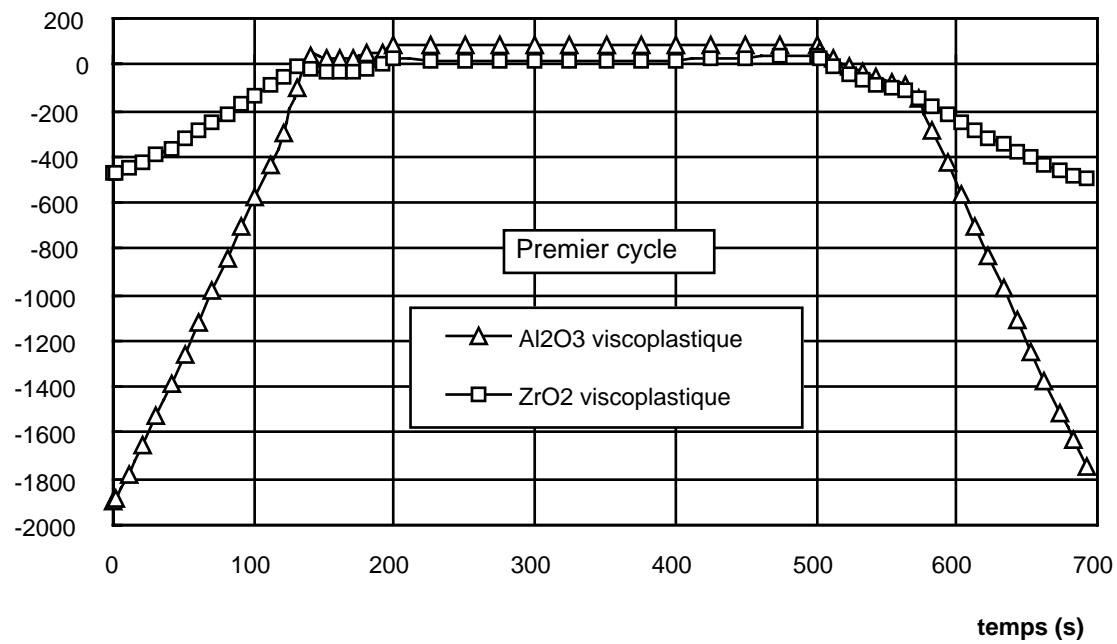
$$\sigma_{th,22,alumine}=-1888+\Delta\sigma_{22,alumine}=-1816\text{MPa};$$

$$\sigma_{th,22,zircone}=-447+\Delta\sigma_{22,zircone}=-503\text{MPa}.$$

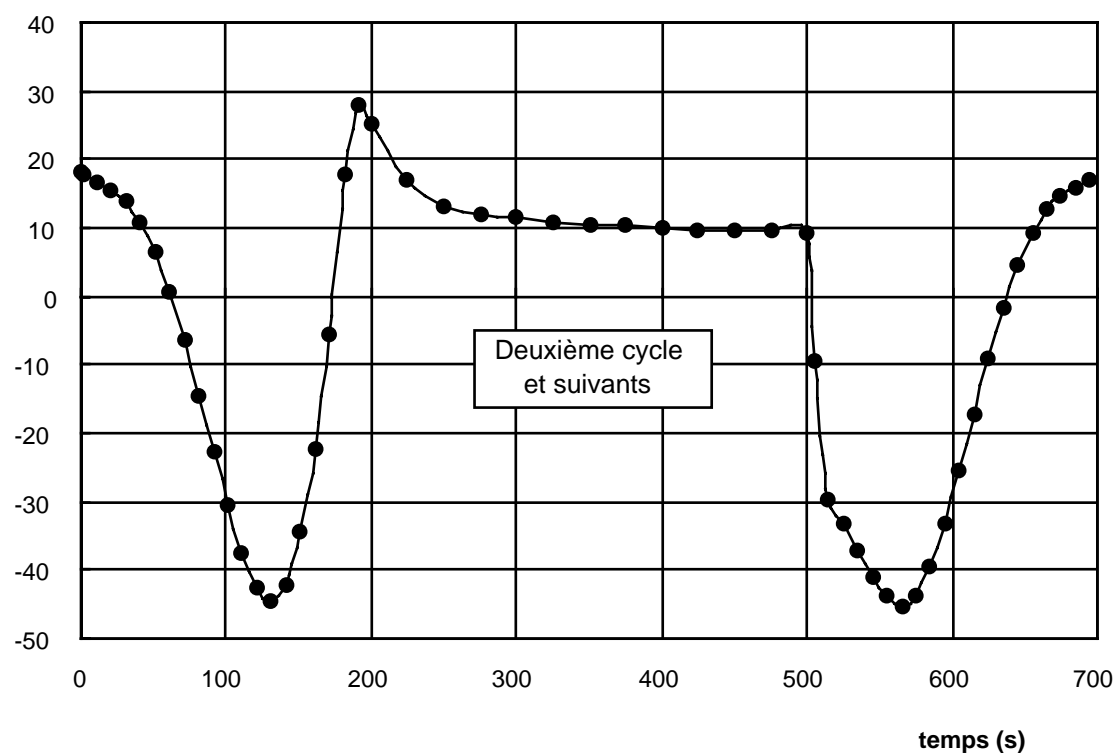
ce qui indique que la sollicitation thermique n'est pas stabilisée du point de vue de la réponse mécanique. La stabilisation intervient dès le deuxième cycle, comme le montrent les figures V.17 et V.18.



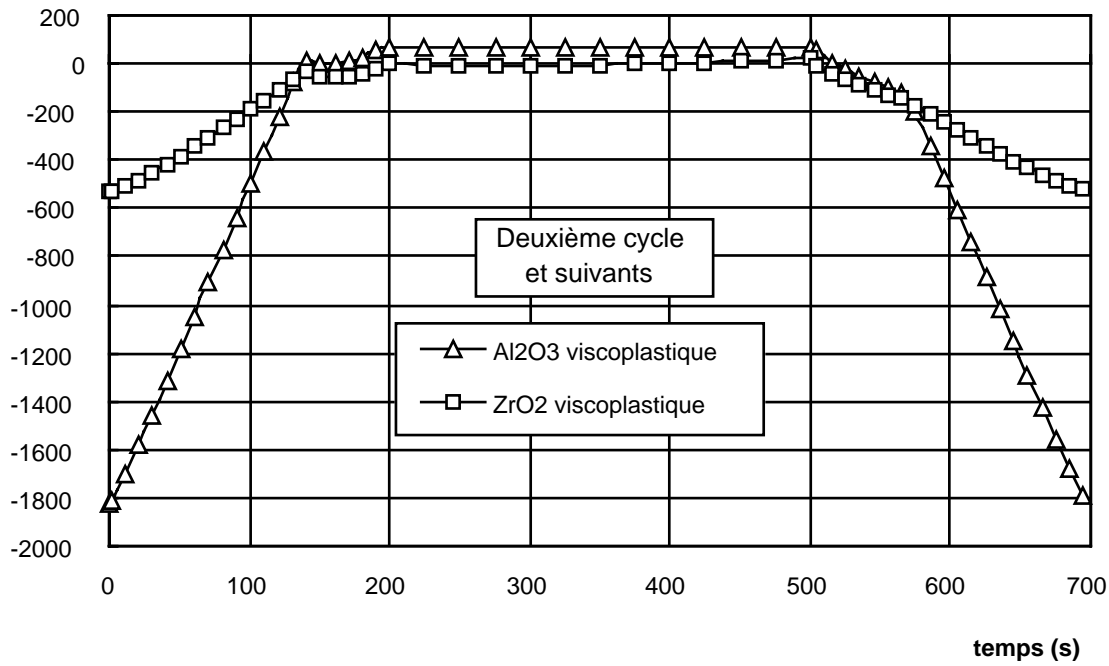
**Figure V.15:** contraintes tangentielles d'origine thermique dans la sous-couche par un calcul élastique et un calcul viscoplastique lors du premier cycle anisotherme.



**Figure V.16:** contraintes tangentielles d'origine thermique dans l'alumine et la zircone par un calcul viscoplastique lors du premier cycle anisotherme.



**Figure V.17:** contrainte tangentielle d'origine thermique dans la sous-couche par un calcul viscoplastique lors du deuxième cycle anisotherme au cours duquel la réponse est stabilisée.



**Figure V.18:** contraintes tangentielles d'origine thermique dans l'alumine et la zircone par un calcul viscoplastique lors du deuxième cycle anisotherme au cours duquel la réponse est stabilisée.

#### V.2.6.4. Calcul lors d'une sollicitation cyclique thermique et mécanique combinée

La déformation mécanique est introduite dans le calcul par le biais d'un accroissement de contrainte qui affecte les couches de NiAl, d'alumine et de zircone. La méthode est comparable à celle utilisée pour introduire l'effet du gradient de température dans l'alumine et la zircone, illustrée par la figure V.11.

A présent, l'accroissement de contrainte dans une couche  $i$  ( $i = \text{NiAl, ox ou ZPS}$ ) entre les instants  $t$  et  $t+dt$  s'écrit:

$$d\sigma_{\theta\theta,i} = [\delta(i, \text{ox}) + \delta(i, \text{ZPS})] \frac{e_i}{e_{\text{ox}} + e_{\text{zircone}}} \frac{E_i}{1 - \nu_i} \alpha_i [T_{\text{externe}} - T_{\text{interne}}] + \frac{E_i}{1 - \nu_i} d\epsilon_{\text{méca},\theta\theta} \quad \text{V.20}$$

où  $e_i$  est l'épaisseur de la couche  $i$ ;

$\delta(i,j)$  est le symbole de Kronecker;

$d\epsilon_{\text{méca},\theta\theta}$  est l'accroissement de déformation mécanique ortho-radiale résultant de la sollicitation longitudinale de l'éprouvette.

Les indices  $\theta\theta$  ne peuvent pas se substituer à des indices  $22$  dans ce cas car l'existence du terme  $\epsilon_{\text{méca},\theta\theta}$  n'est possible qu'en présence d'un substrat courbe. En effet, la déformation mécanique longitudinale de l'éprouvette  $\epsilon_{\text{méca},zz}$  induit une déformation mécanique normale  $\epsilon_{\text{méca},11}$  ou  $\epsilon_{\text{méca},rr}$ . Mais si le substrat est plan,  $\epsilon_{\text{méca},11}$  implique  $\epsilon_{\text{méca},22} = 0$  tandis que si le substrat est courbe,  $\epsilon_{\text{méca},rr}$  implique  $\epsilon_{\text{méca},\theta\theta} \neq 0$  et on a d'autre part:

$$\epsilon_{\text{méca},rr} = -\nu \epsilon_{\text{méca},zz}$$

V.21

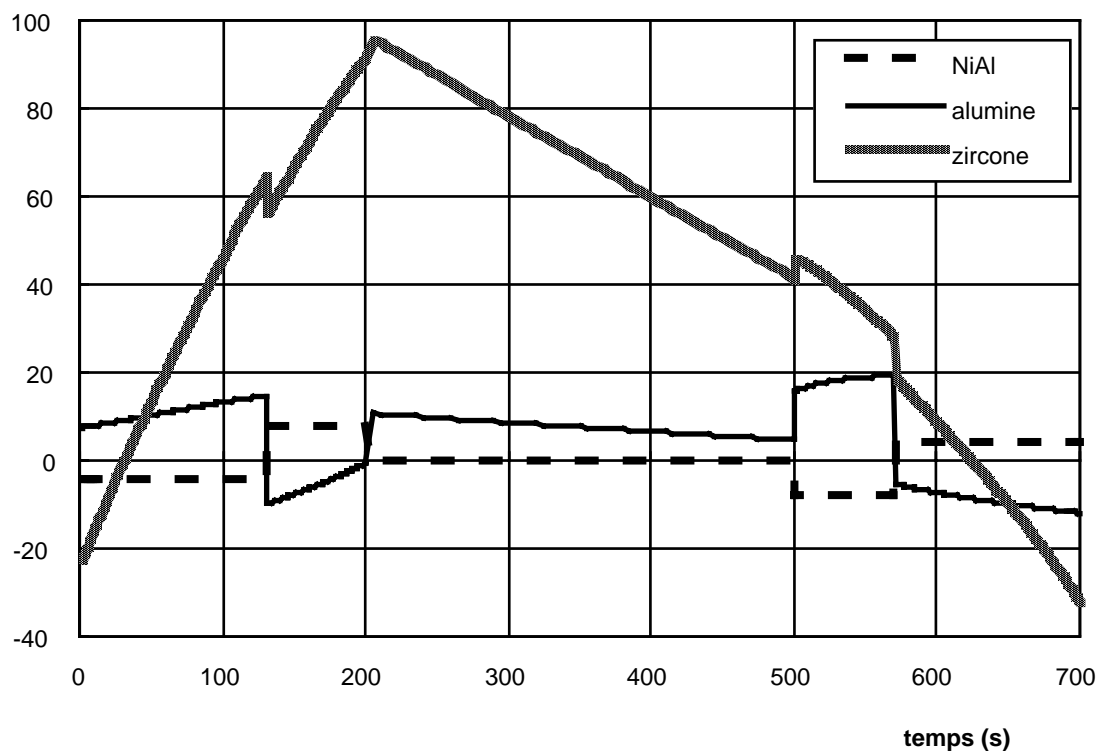
La déformation mécanique ortho-radiale est déduite simplement de la déformation mécanique radiale par un calcul d'équilibre des forces qui sera détaillé au paragraphe suivant lors du calcul des contraintes normales à l'interface.

La représentation graphique de l'amplitude de l'accroissement de contraintes ortho-radiale et longitudinale dans les couches dues au gradient thermique et à la déformation mécanique est donnée par les figures V.19 et V.20.

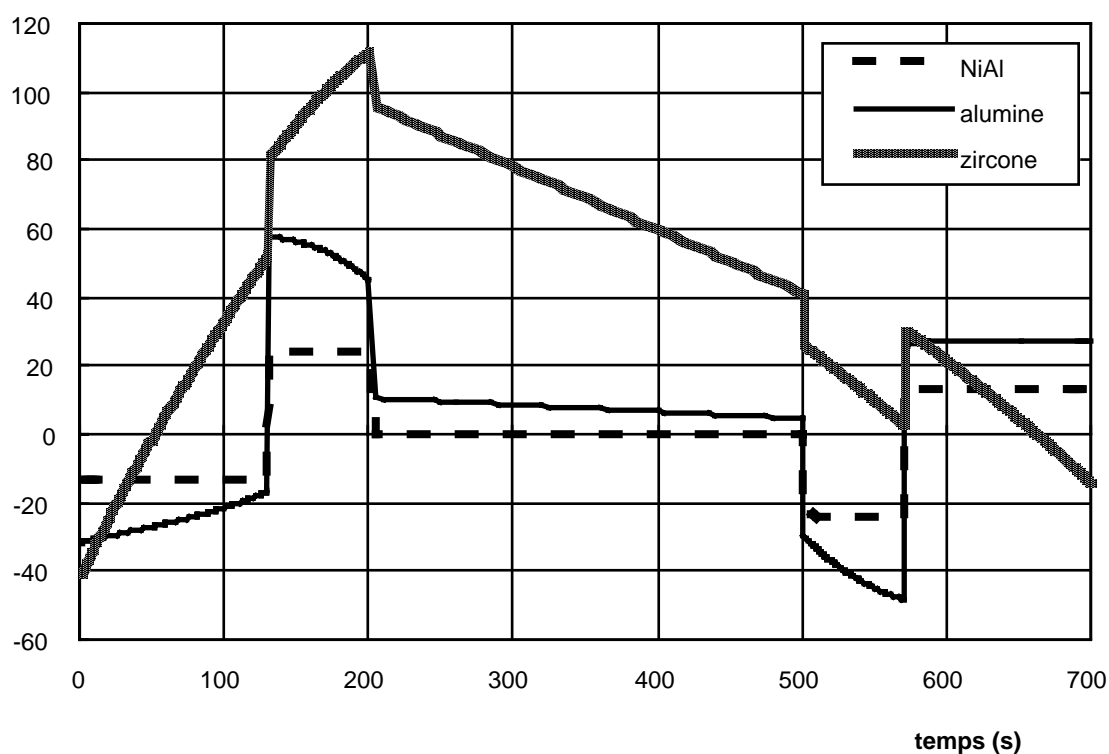
Les conditions initiales au premier cycle sont données par l'état de contrainte après une sollicitation thermique sans sollicitation mécanique. Cela correspond à la stabilisation thermique dynamique.

Comme dans le cas du calcul sur un cycle thermique sans sollicitation mécanique (paragraphe V.2.6.3 précédent), le comportement ne se stabilise qu'au deuxième cycle. Les figures V.21 et V.22 montrent l'évolution de la contrainte ortho-radiale au cours d'un cycle stabilisé pour la sous-couche NiAl et pour les deux oxydes.

La contrainte longitudinale est donnée dans la sous-couche et l'alumine en figure V.23. Il peut sembler étonnant que les contraintes longitudinales dans l'alumine et dans la sous-couche soient proches. Cela résulte de la relaxation presque totale des contraintes pendant le palier à 1100°C d'une part et de la variation simultanée des coefficients de dilatation thermique et des modules d'Young dans les deux couches d'autre part. Sur la figure V.23, le refroidissement après le palier commence à 500s. Les contraintes d'origine thermique sont faibles dans la sous-couche. Elles deviennent de plus en plus négatives dans l'alumine et s'ajoutent aux contraintes de compression d'origine mécanique induites par la décroissance de la déformation mécanique. La relaxation des contraintes opère jusqu'à la température approximative de 750°C (atteinte à 570s). A ce moment, la déformation mécanique induit des contraintes longitudinales de traction non relaxées qui sont un peu modérées par les contraintes de compression d'origine thermique. Le niveau de contrainte atteint à la fin du cycle est très élevé et cela résulte de la relaxation des contraintes à haute température. Ainsi le cycle est presque assimilable à une traction à basse température depuis une déformation mécanique nulle jusqu'à une déformation mécanique positive égale à toute l'amplitude de la déformation mécanique de consigne de notre cycle.

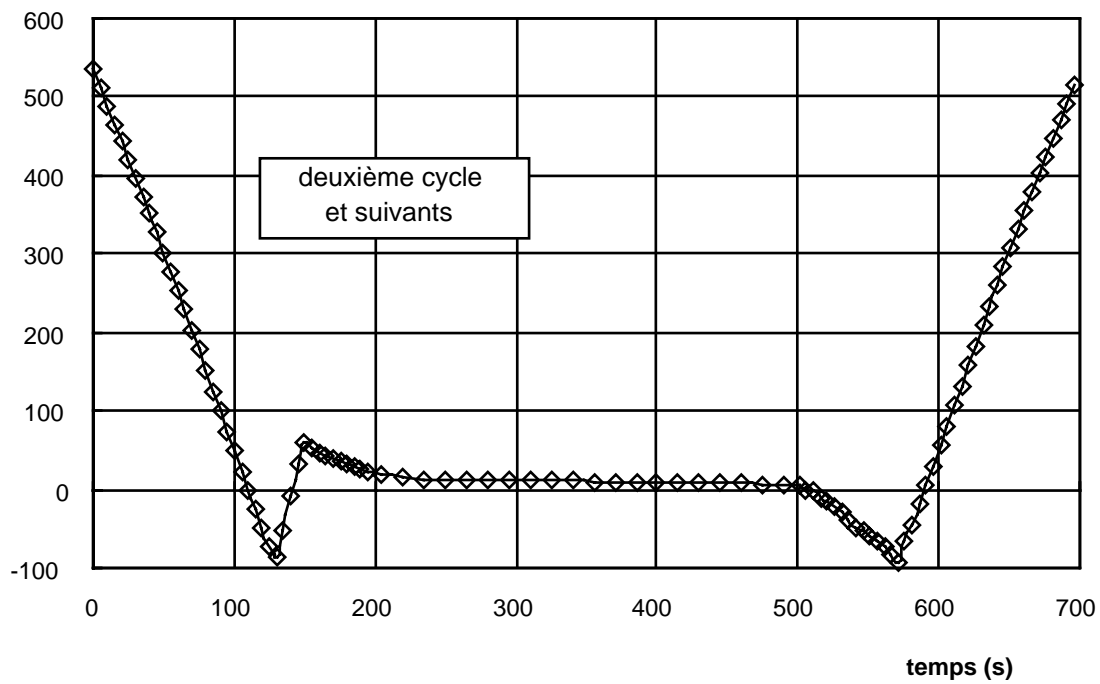


**Figure V.19:** accroissement de la contrainte ortho-radiale dû au gradient thermique transverse et à la déformation mécanique longitudinale.

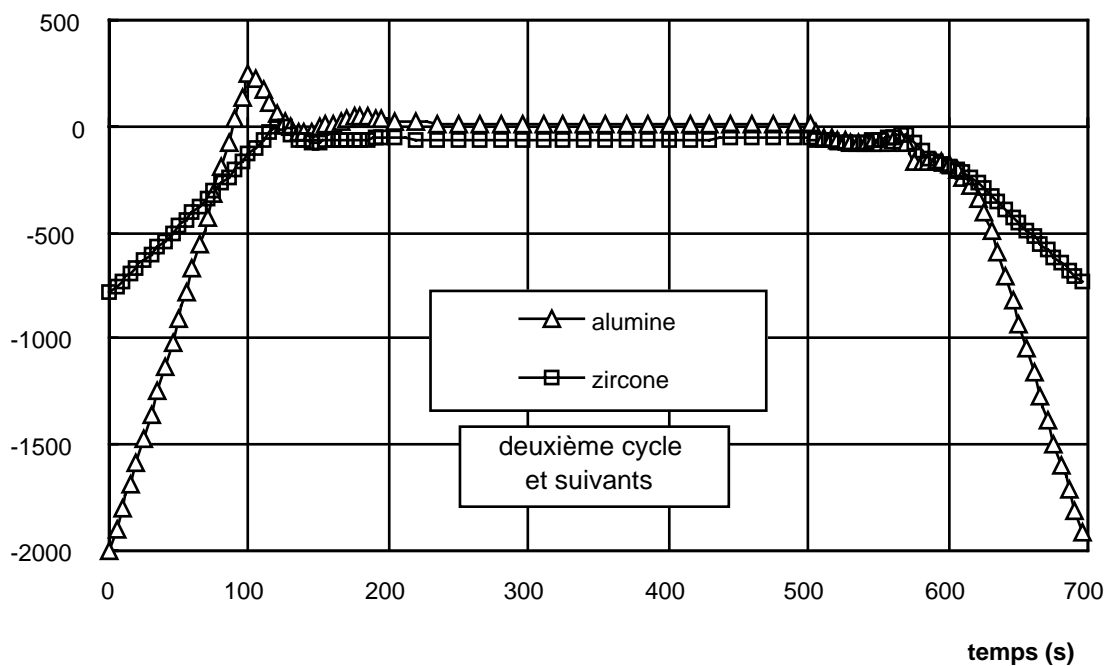


**Figure V.20:** accroissement de la contrainte longitudinale dû au gradient thermique transverse et à la déformation mécanique longitudinale.

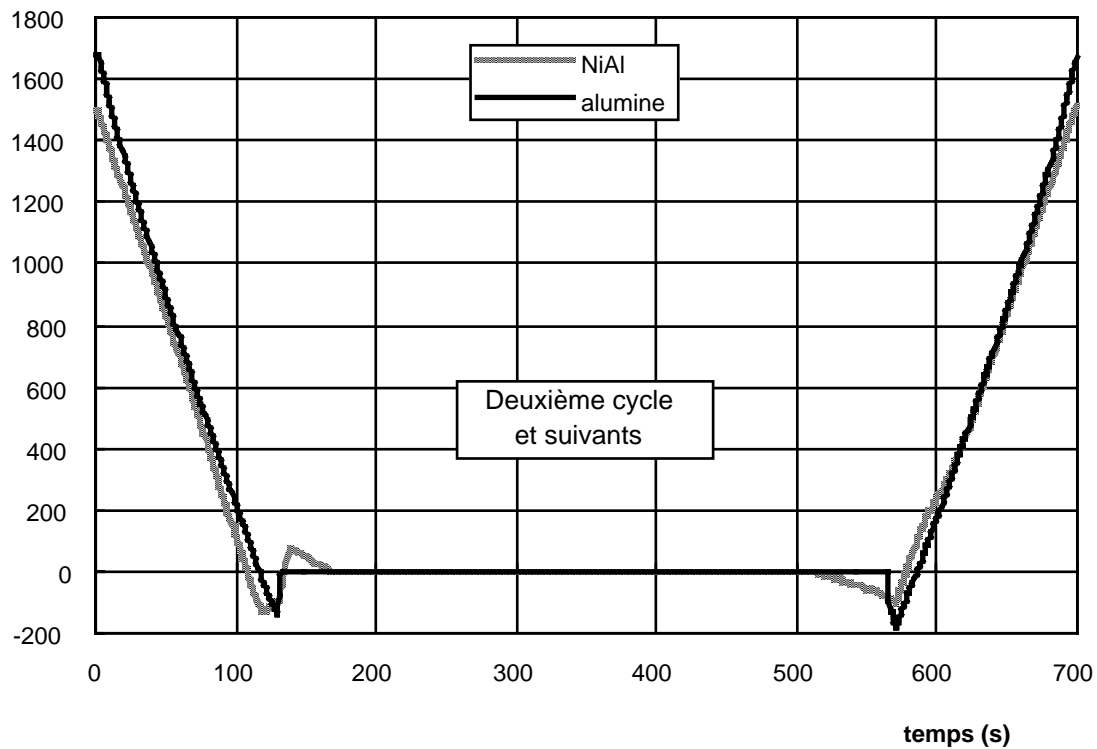




**Figure V.21:** évolution de la contrainte ortho-radiale d'origine thermique par un calcul viscoplastique dans la sous-couche pendant un cycle de fatigue mécano-thermique.

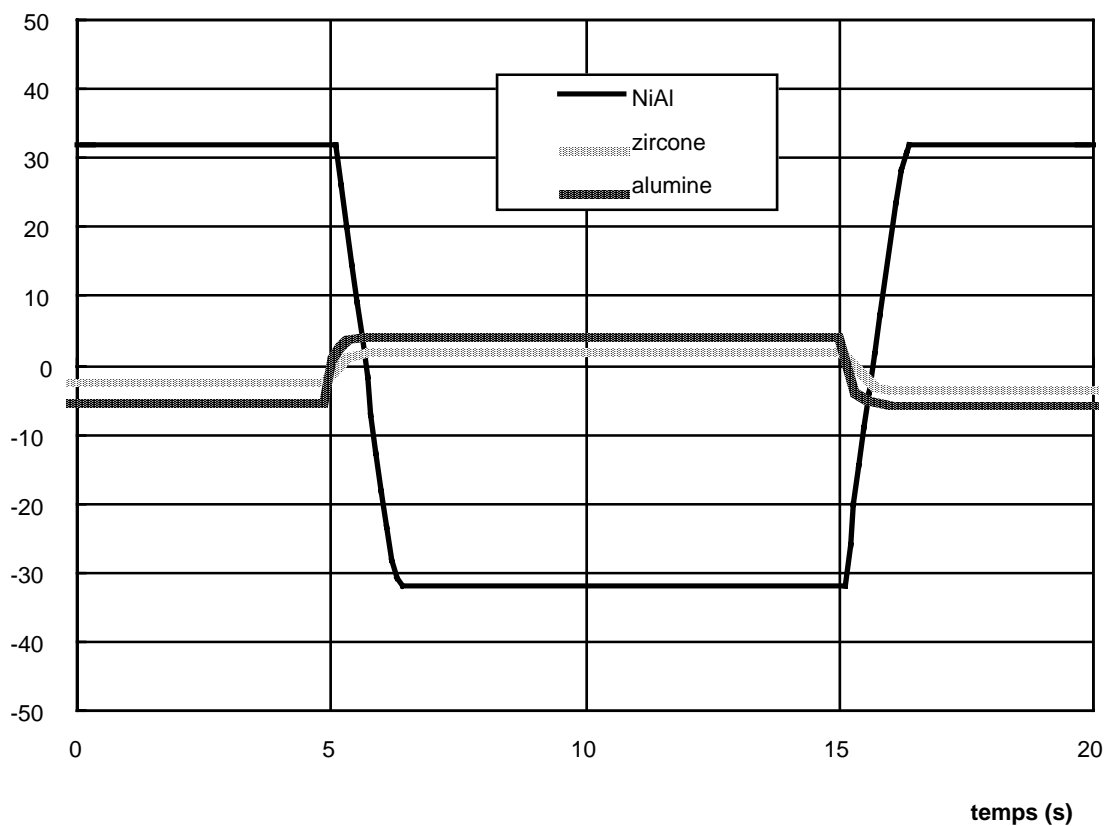


**Figure V.22:** évolution de la contrainte ortho-radiale d'origine thermique et mécanique par un calcul viscoplastique dans l'alumine et la zircone pendant un cycle de fatigue mécano-thermique.



**Figure V.23:** évolution de la contrainte longitudinale d'origine thermique et mécanique par un calcul viscoplastique dans l'alumine et la sous-couche pendant un cycle de fatigue mécano-thermique.

#### V.2.6.5. Calcul dans le cas d'un cycle de fatigue oligocyclique isotherme

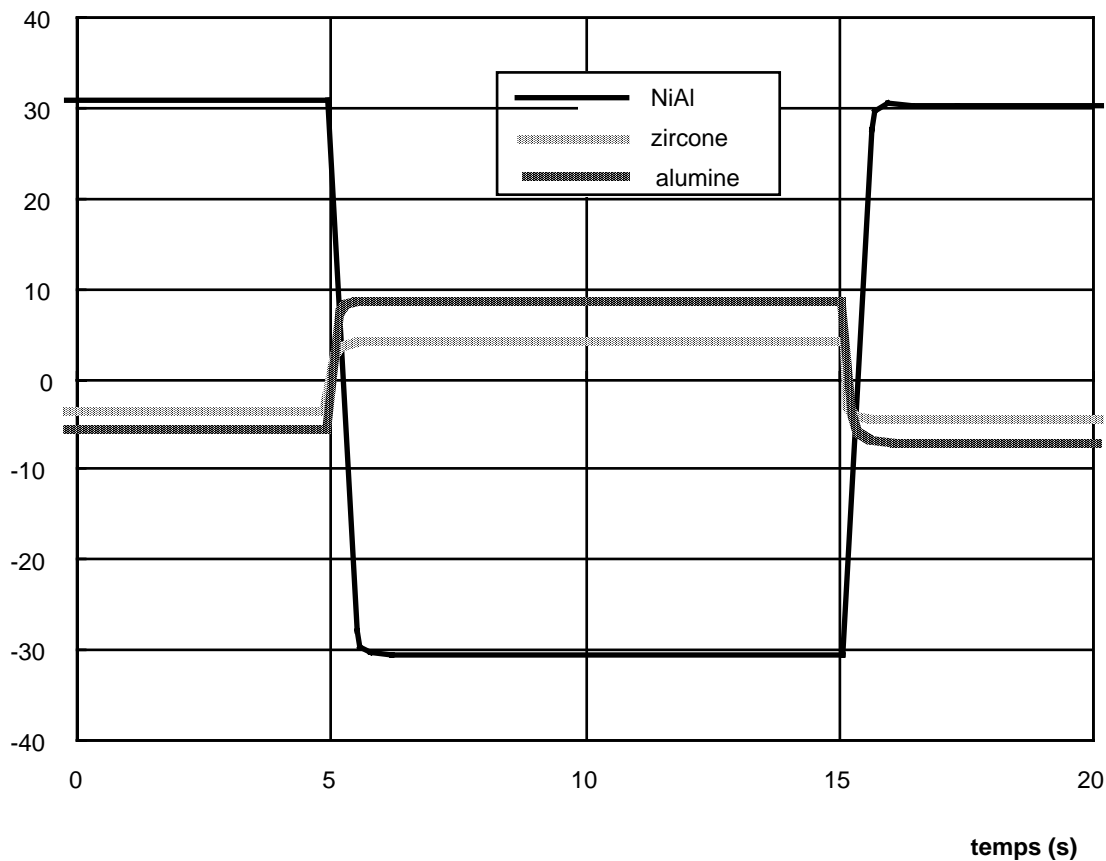


**Figure V.24:** évolution des contraintes ortho-radiales d'origine mécanique au cours d'un cycle de fatigue oligocyclique triangle à 1100°C à 0,75% d'amplitude de déformation mécanique.

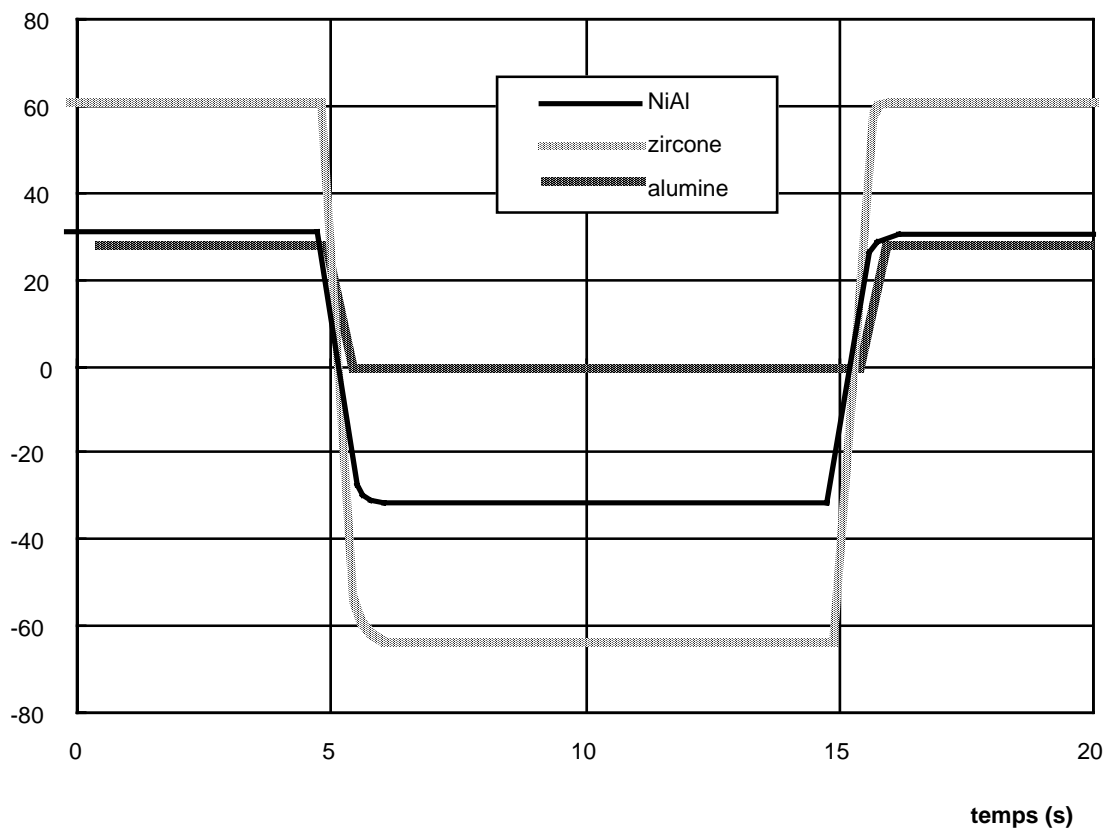
Ce cas est le plus simple puisque l'éprouvette se trouve dans un état d'élément de volume thermique et que seule la déformation mécanique fluctue.

Les contraintes ortho-radiales d'origine mécanique sont présentées sur les figures V.24 et V.25 au cours d'un cycle triangle stabilisé pour des amplitudes de déformations mécaniques respectives de 0,75% et 1,6%. Pendant les rampes à vitesse de déformation mécanique constante, l'amplitude de la relaxation des contraintes est également constante ce qui explique la présence des paliers. Mis à part les oscillations qui ne sont que des artefacts de calcul liés aux itérations sur la loi de viscoplasticité, les contraintes extrêmes sont les mêmes pour les deux amplitudes de déformation mécanique.

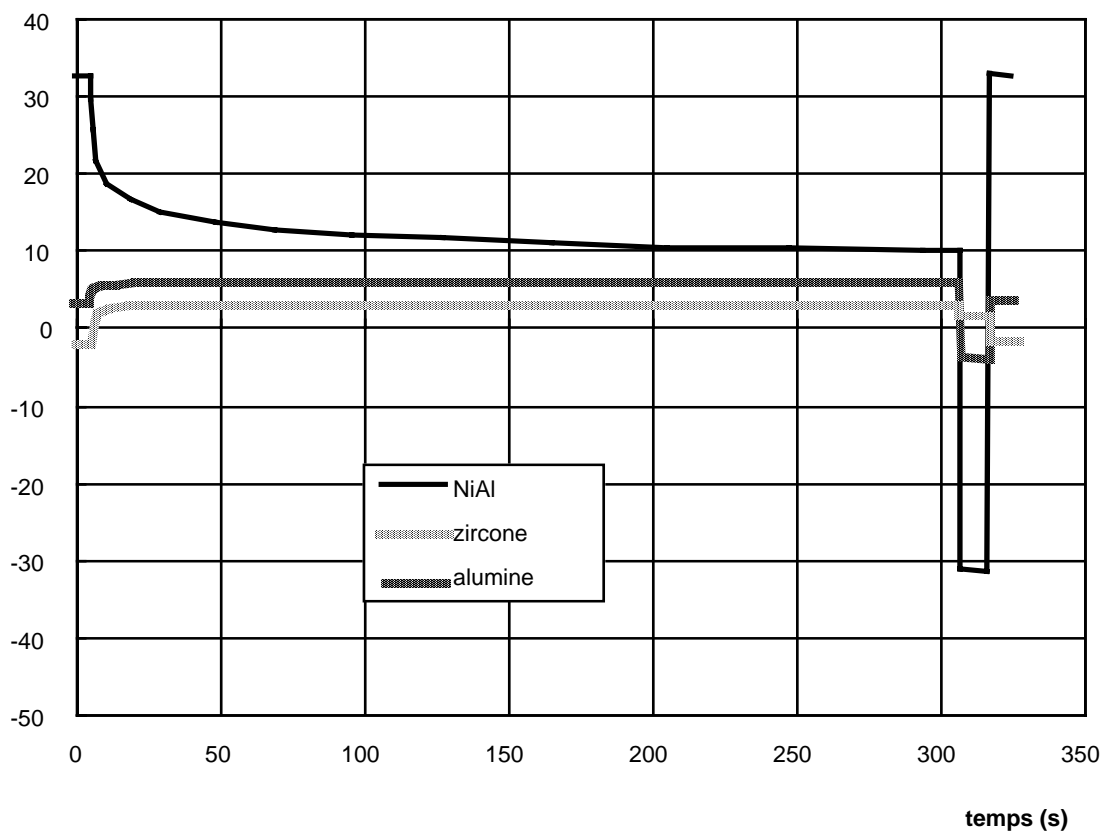
Il en va de même pour les contraintes longitudinales qui sont présentées indifféremment pour les deux amplitudes de déformation sur la figure V.26.



**Figure V.25:** évolution des contraintes ortho-radiales d'origine mécanique au cours d'un cycle de fatigue oligocyclique triangle à 1100°C à 1,6% d'amplitude de déformation mécanique.



**Figure V.26:** évolution des contraintes longitudinales d'origine mécanique au cours d'un cycle de fatigue oligocyclique triangle à 1100°C quelle que soit l'amplitude de déformation mécanique.



**Figure V.27:** évolution des contraintes ortho-radiales d'origine mécanique au cours d'un cycle de fatigue oligocyclique triangle à 1100°C.

Dans le cas d'un cycle 'maint.tens.' avec un palier de cinq minutes à déformation mécanique maximale, l'évolution des contraintes est représentée en figure V.27. Les parties correspondant aux

transitoires en déformation mécanique sont absolument identiques au cas du cycle triangle. On observe seulement une forte relaxation des contraintes pendant le palier.

### **V.2.7. Calcul des contraintes normales dues à la courbure du substrat**

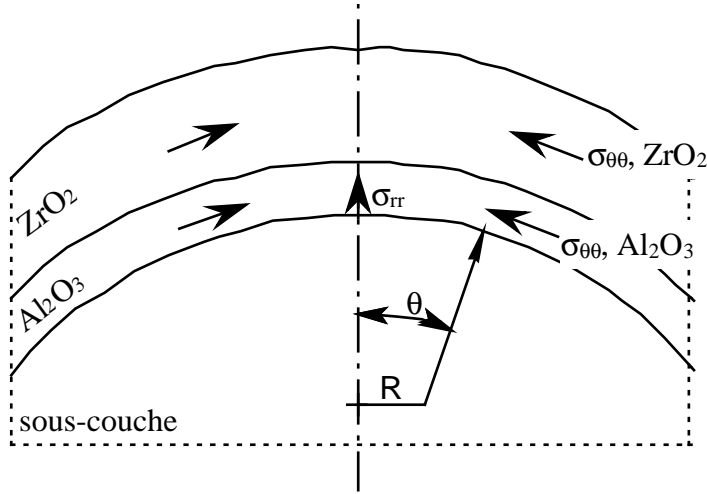
Nous calculons les contraintes normales relatives aux cas suivants:

- 1- refroidissement à four coupé depuis 1100°C;
- 2- cycle de stabilisation thermique dynamique à charge nulle en fatigue mécano-thermique;
- 3- cycle de fatigue mécano-thermique complet.

Dans les cas de fatigue oligocyclique isotherme, l'amplitude des contraintes ortho-radiales est si faible que les contraintes radiales qui en résultent sont négligeables.

Pour calculer les contraintes normales qui sont dues au rayon de courbure macroscopique de l'éprouvette, on écrit l'équilibre des forces macroscopique dans le matériau.

Soit  $\theta$ , l'angle définissant la coordonnée ortho-radiale, comme le montre la figure V.28.



**Figure V.28:** configuration utilisée pour le calcul des contraintes radiales.

On a  $2R\theta\sigma_{rr} + 2\sin\theta(\sigma_{\theta\theta, ZrO_2}e_{ZrO_2} + \sigma_{\theta\theta, Al_2O_3}e_{Al_2O_3}) = 0$ . Lorsque  $\theta$  tend vers 0,  $\sin \theta$  est équivalent à  $\theta$ . D'où:

$$\sigma_{rr} = -\frac{1}{R} (\sigma_{\theta\theta, ZrO_2} e_{ZrO_2} + \sigma_{\theta\theta, Al_2O_3} e_{Al_2O_3}) \quad V.22$$

où  $e_i$  est l'épaisseur de la couche  $i$ ;

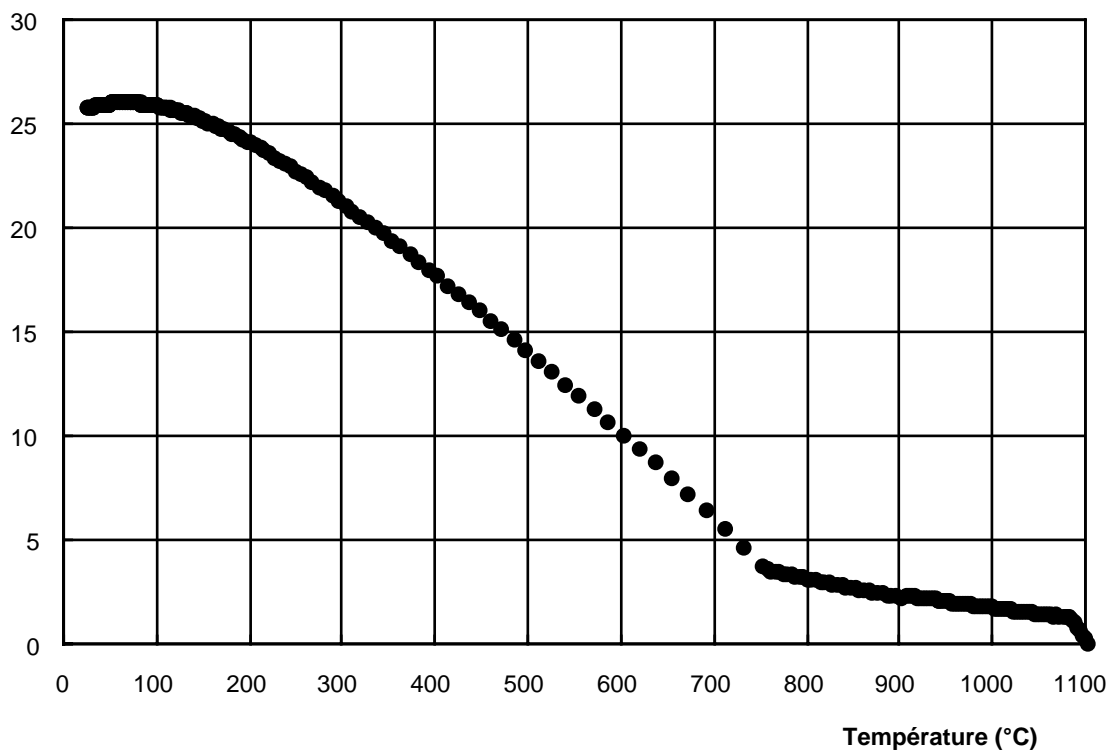
les contraintes ortho-radiales  $\sigma_{\theta\theta}$  sont les contraintes tangentielles calculées précédemment.

On définit la contrainte normale interfaciale par l'expression V.23 qui exprime la contrainte normale différentielle à l'interface:

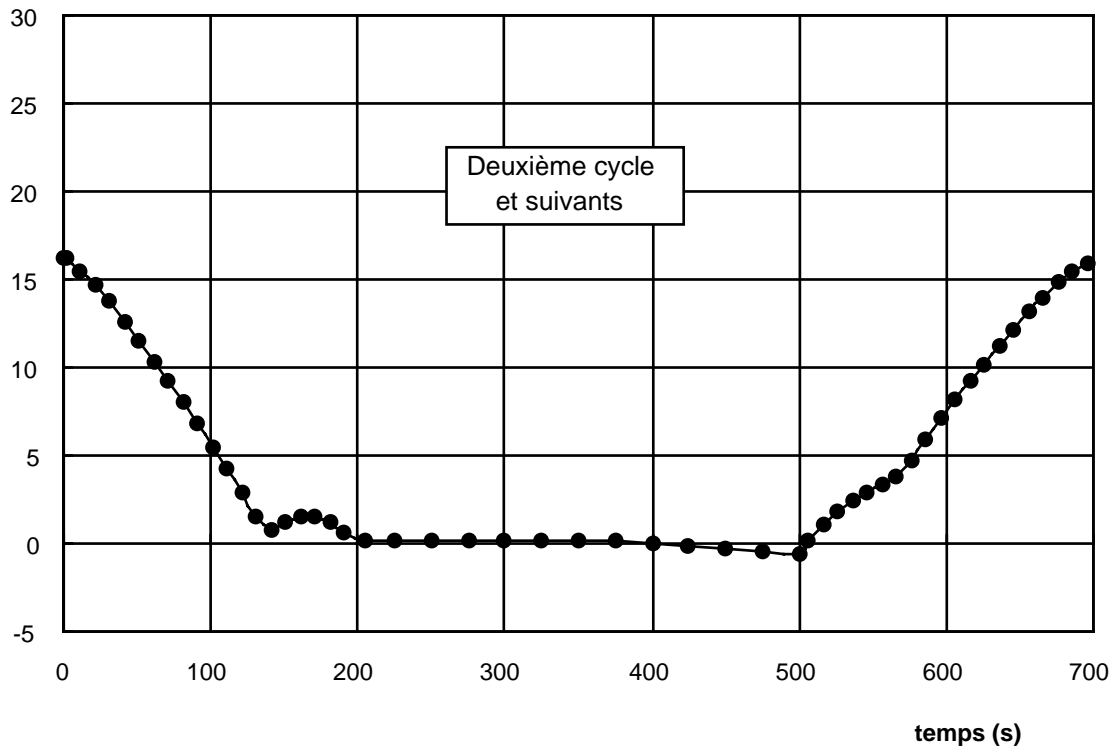
$$\sigma_{rr, \text{interface}} = -\frac{1}{R} (\sigma_{\theta\theta, \text{ZrO}_2} e_{\text{ZrO}_2} + \sigma_{\theta\theta, \text{Al}_2\text{O}_3} e_{\text{Al}_2\text{O}_3}) + \frac{e_{\text{NiAl}}}{R} \sigma_{\theta\theta, \text{NiAl}} \quad \text{V.23}$$

Le signe positif de la contrainte normale interfaciale signifie que la contrainte normale interfaciale agit dans le sens du décollement des couches d'alumine et de zircone.

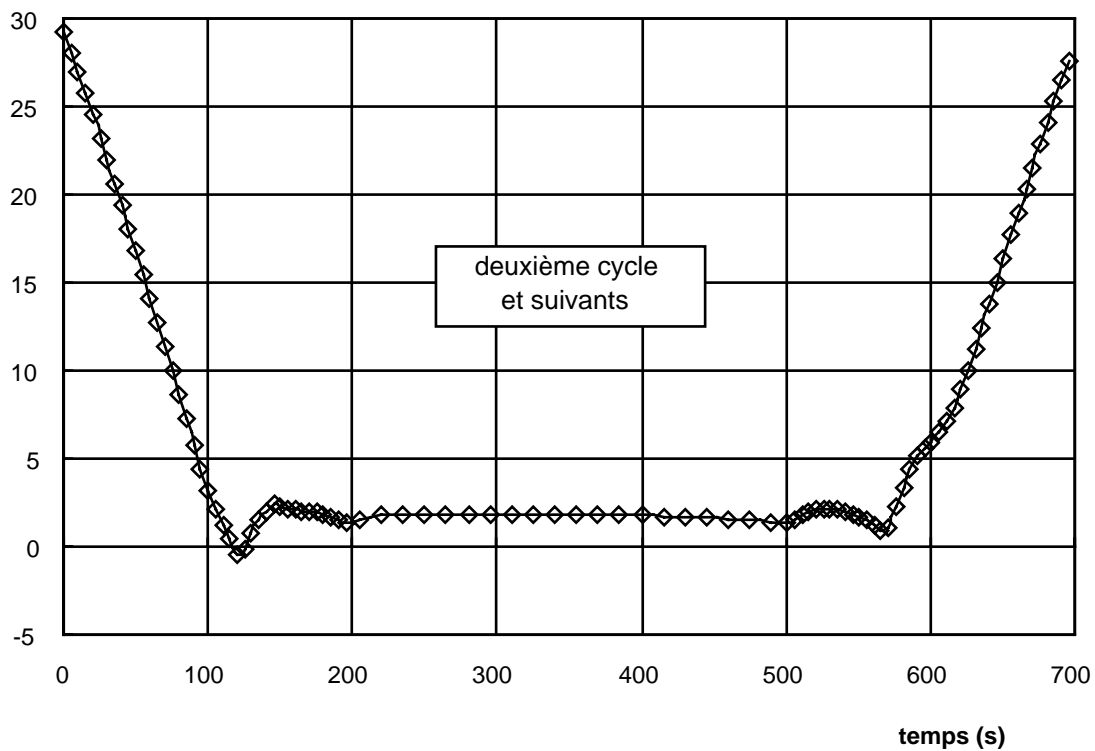
Les contraintes sont calculées pour les valeurs maximales d'épaisseur d'oxyde mesurées. La figure V.29 représente l'évolution de la contrainte normale interfaciale lors d'un refroidissement de 1100°C à 25°C après le vieillissement de 15h d'une éprouvette AG2C. La contrainte représentée est calculée au centre de l'éprouvette (rayon de courbure minimum = 3mm). Cette figure montre que les contraintes sont maximales aux alentours de 70°C.



**Figure V.29:** évolution de la contrainte normale interfaciale au cours du refroidissement après le vieillissement à 1100°C pendant 15h d'une éprouvette AG2C. Contrainte dans la section centrale de l'éprouvette de 3mm de rayon.



**Figure V.30:** évolution de la contrainte normale interfaciale d'origine thermique au cours d'un cycle thermique anisotherme sans sollicitation mécanique sur une éprouvette tubulaire de 5,5mm de rayon et d'une épaisseur d'oxyde  $15\mu\text{m}$ .

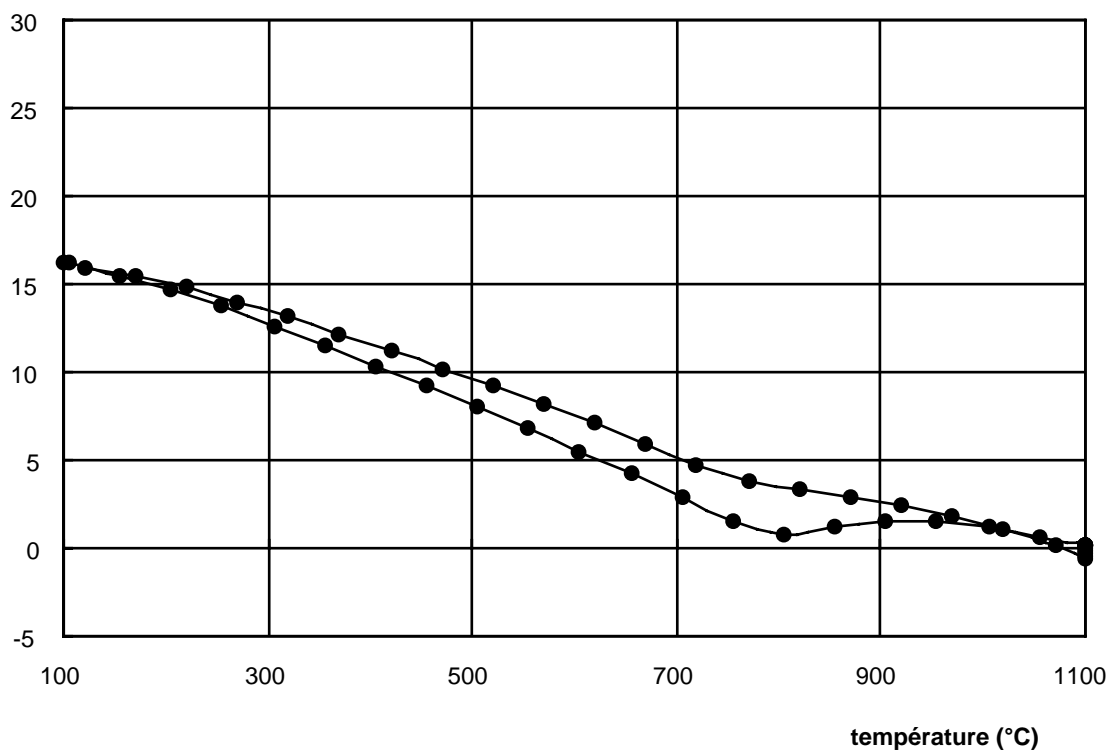


**Figure V.31:** évolution de la contrainte normale interfaciale d'origine thermique et mécanique au cours d'un cycle de fatigue mécano-thermique sur une éprouvette tubulaire de 5,5mm de rayon et d'une épaisseur d'oxyde  $15\mu\text{m}$ .

La figure V.30 présente l'évolution de la contrainte normale interfaciale au cours d'un cycle thermique anisotherme sans sollicitation mécanique, calculée avec un rayon de courbure du substrat de 5,5mm et une épaisseur moyenne d'oxyde de 5 $\mu$ m.

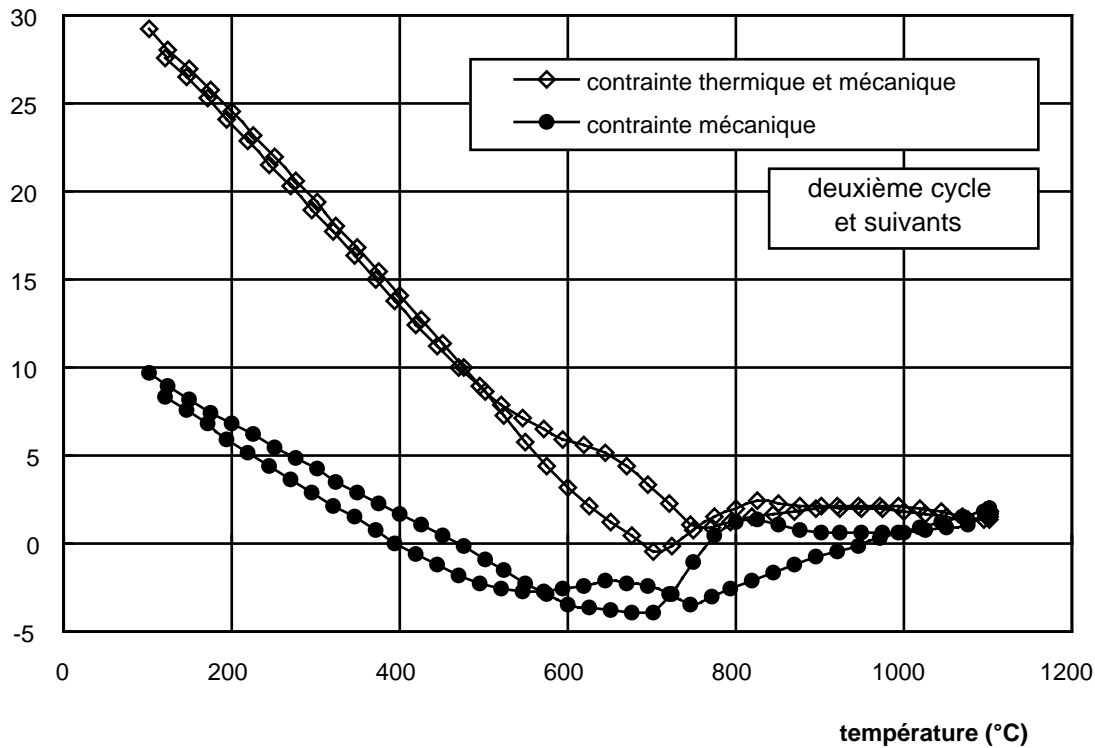
La figure V.31 montre cette même grandeur dans le cas d'un cycle de fatigue mécano-thermique où la déformation mécanique est couplée à la sollicitation thermique. Elle présente également une composante mécanique de la contrainte qui se déduit de la contrainte d'origine thermique et mécanique couplée et de la contrainte d'origine thermique non couplée.

Les boucles stabilisées entre la contrainte normale interfaciale et la température sont hystérétiques. Elles sont respectivement présentées au cours d'un cycle thermique sans sollicitation mécanique et au cours d'un cycle de fatigue mécano-thermique par les figures V.32 et V.33 pour une épaisseur d'oxyde de 5 $\mu$ m.



**Figure V.32:** boucle stabilisée donnant la contrainte normale interfaciale en fonction de la température au cours d'un cycle thermique anisotherme sans sollicitation mécanique sur une éprouvette tubulaire de 5,5mm de rayon et d'une épaisseur d'oxyde de 15 $\mu$ m.

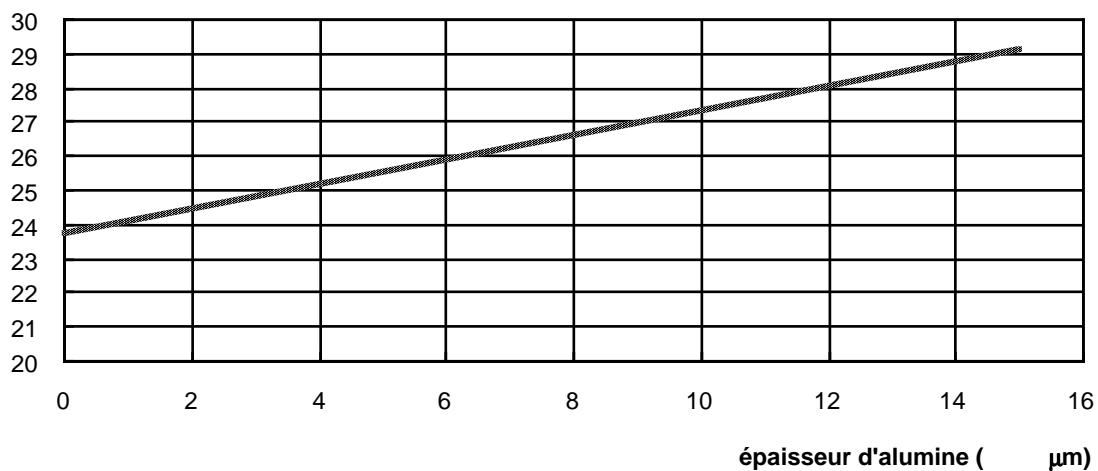




**Figure V.33:** boucle stabilisée donnant la contrainte normale interfaciale en fonction de la température au cours d'un cycle de fatigue mécano-thermique sur une éprouvette tubulaire de 5,5mm de rayon et d'une épaisseur d'oxyde 15 $\mu$ m.

L'influence de l'épaisseur d'oxyde sur la contrainte normale interfaciale maximale atteinte au cours d'un cycle de fatigue mécano-thermique est mise en évidence sur la figure V.34. En accord avec l'expression V.23, la contrainte maximale se déduit de l'épaisseur par une fonction affine.

La valeur de la contrainte interfaciale pour une épaisseur d'alumine nulle n'est pas nulle car elle dépend également des contraintes dans la couche de zircone qui a une épaisseur constante. L'ordonnée à l'origine de la courbe est donc la valeur limite de la contrainte interfaciale lorsque l'alumine n'existe pas.



**Figure V.34:** évolution de la contrainte normale interfaciale maximale d'un cycle anisotherme (maximum atteint à 100°C) en fonction de l'épaisseur d'oxyde.

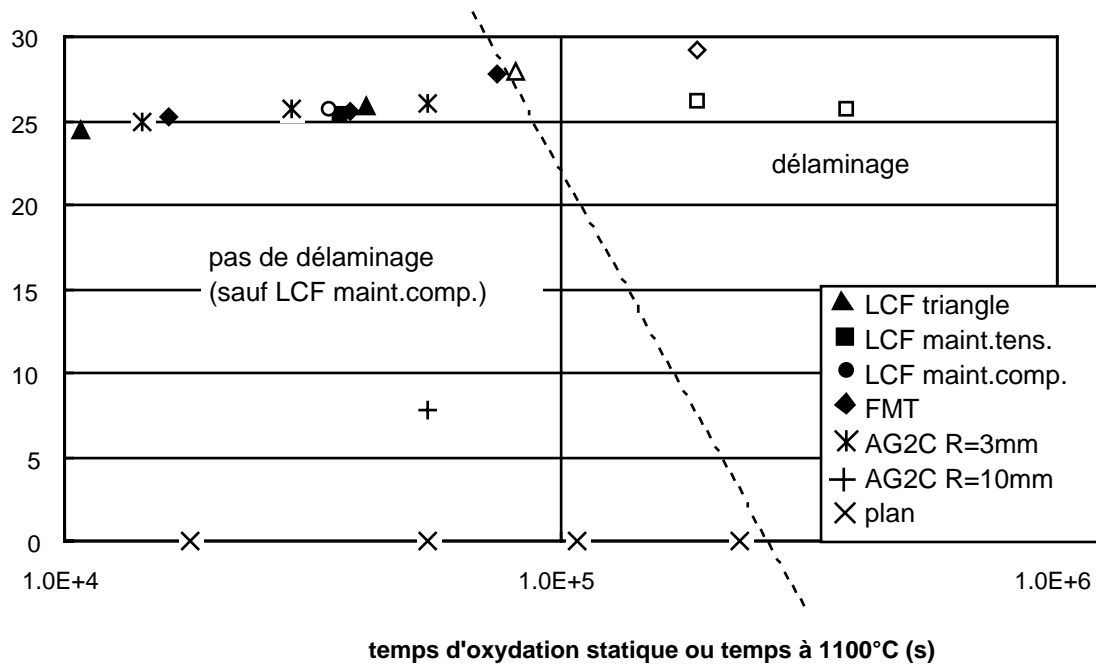
Comparons à présent, en fonction du rayon de courbure du substrat, l'état de contraintes d'origine thermique des éprouvettes à température ambiante après leur élaboration à 1100°C, après un vieillissement à 1100°C ou après une sollicitation anisotherme. Le tableau V.1 donne la contrainte normale maximale des conditions explorées dans cette étude. La fatigue oligocyclique isotherme est assimilée, du point de vue des contraintes d'origine thermique, à un vieillissement statique suivi d'un refroidissement à four coupé.

Eprouvette et conditions subies	méthode de calcul	$\sigma_{rr,interface}$ max (MPa)
plan, tous temps de vieillissement	Refroidissement à four coupé après un vieillissement statique qui développe e <sub>ox</sub>	0
AG2C brut, rayon 3mm		22,969
AG2C 4h à 1100°C, rayon 3mm		25,267
AG2C 8h à 1100°C, rayon 3mm		25,635
AG2C 15h à 1100°C, rayon 3mm		25,998
AG2C 15h à 1100°C, rayon 10mm		7,725
Fatigue oligocyclique à 1100°C réf. 02		27,932
Fatigue oligocyclique à 1100°C réf. 09		25,881
Fatigue oligocyclique à 1100°C réf. 03		24,523
Fatigue oligocyclique à 1100°C réf. 08		25,719
Fatigue oligocyclique à 1100°C réf. 10		26,25
Fatigue oligocyclique à 1100°C réf. 05		25,37
Fatigue oligocyclique à 1100°C réf. 11		25,739
Fatigue mécano-thermique réf.06F	Refroidissement à four coupé suivi d'une sollicitation cyclique thermique	25,17
Fatigue mécano-thermique réf.06E		25,63
Fatigue mécano-thermique réf.06I		27,72
Fatigue mécano-thermique réf.06C		29,17

**Tableau V.1:** valeurs des contraintes normales interfaciales maximales pour les conditions expérimentales de cette étude.

La figure V.35 reprend les valeurs maximales de  $\sigma_{rr}$  du tableau V.1, pour toutes les conditions explorées, en fonction du temps passé à 1100°C. Ce temps est le temps total d'oxydation statique pour les échantillons plans et les éprouvettes AG2C, le temps total de l'essai mécanique en fatigue oligocyclique isotherme et le temps cumulé des maintiens à 1100°C en fatigue mécano-thermique. On a vu au paragraphe IV.4.2.1 que l'épaisseur d'oxyde formée en fatigue mécano-thermique l'était majoritairement pendant les périodes de maintien à 1100°C puisque le temps équivalent à maintenir à 1100°C pour obtenir l'épaisseur d'oxyde formée pendant les 400s de transitoire en température est de 25s.

Tous les points (excepté celui de LCF maint.comp.) situés à gauche de la ligne en traits interrompus correspondent à des essais qui n'ont pas entraîné le délaminage de l'éprouvette.



**Figure V.35:** contrainte normale maximale supportée par l'interface alumine/sous-couche en fonction du temps d'oxydation pour les essais isothermes et du temps passé à 1100°C pour la fatigue mécano-thermique.

### **V.3. Les contraintes ayant pour origine la croissance de l'alumine**

La transformation d'un métal pur que l'on notera M en un oxyde noté MO s'accompagne d'un changement de volume. Il est quantifié par le rapport de Pilling-Bedworth (Pilling et Bedworth, 1923)  $\Phi = \Omega_{MO}/\Omega_M$  où  $\Omega_{MO}$  est le volume moléculaire de l'oxyde et  $\Omega_M$  le volume moléculaire du métal. Le rapport de Pilling-Bedworth relatif à la formation de l'alumine à partir du métal aluminium (anodisation de l'aluminium) est  $\Phi=1,28$ , ce qui indique que la réaction est anisochore dans le sens de l'augmentation de volume.

Les contraintes ayant pour origine la croissance de l'alumine sont les contraintes qui sont susceptibles d'être générées par l'oxydation du métal. Dans la suite nous les appellerons parfois abusivement 'contraintes de croissance'.

Elles dépendent en partie du rapport de Pilling-Bedworth mais aussi des micromécanismes mis en jeu dans la croissance, qui eux-même dépendent du matériau et des conditions d'oxydation. Ainsi, le changement de volume associé à la réaction d'oxydation n'entraîne pas forcément le développement de fortes contraintes dans la couche d'oxyde.

Les méthodes usuelles de mesure des contraintes de croissance reposent sur la mise en évidence des déformations engendrées par l'état de contraintes du système ou sont des méthodes physiques. Evans (1995) effectue une revue de ces méthodes.

La méthode de mesure de l'allongement d'une lame mince oxydée sur chacune de ses faces (cela permet d'éviter le fléchissement de la lame) est suivie d'une analyse mécanique simple.

Dans la méthode de la flèche, une lame mince est à présent protégée de l'oxydation sur l'une de ses faces, justement pour induire son fléchissement. Un exemple de cette méthode est donné par Zhao et Zhang (1989).

La méthode physique la plus couramment utilisée est la diffraction des rayons X. Contrairement aux méthodes mécaniques où les mesures de déformations peuvent être réalisées à la température d'oxydation, la diffraction X est réalisée à température ambiante et il peut parfois s'avérer difficile de séparer les contraintes thermiques des contraintes de croissance.

La composante ortho-radiale des contraintes de croissance atteint typiquement un ordre de grandeur de quelques dizaines à centaines de MPa (Dionnet, 1993: -337MPa sur FeCrAl oxydé à 1300°C; Delaunay, Huntz et Lacombe, 1980: -400MPa sur et -80MPa sur FeNiCrAlY, tous deux oxydés à 1000°C).

Cette étude n'a pas pour but d'expliquer en détail les mécanismes de croissance de la couche d'alumine de la barrière thermique. Cependant, afin de pouvoir justifier des hypothèses choisies pour le calcul des contraintes de croissance, quelques mécanismes et leurs conséquences sur l'état de contraintes du système vont être décrits ci-après. Ils sont présentés pour un couple M/MO dont l'évolution est exomorphique. Lorsque la croissance de l'oxyde est endomorphique, tel que la couche d'alumine qui se développe en milieu confiné entre la sous-couche et la céramique de la barrière thermique, l'état de contrainte peut être modifié.

On supposera que lorsque le substrat est macroscopiquement plan, la couche céramique n'a aucune influence sur les contraintes de croissance. Les variations de la position de l'interface céramique/oxyde perpendiculairement à la surface du substrat sont bien accommodées par la translation de la céramique et les déformations latérales sont supposées accommodées par la faible complaisance de la céramique liée à sa microstructure colonnaire.

En revanche, lorsque le substrat présente un rayon de courbure macroscopique, la présence de la couche de céramique ne pourra plus être omise.

### **V.3.1 Origine théorique des contraintes de croissance**

#### **V.3.1.1. Cas d'un substrat macroscopiquement plan.**

La croissance des couches d'oxyde et d'alumine en particulier, avait été brièvement introduite au paragraphe I.3.1.1. Ainsi, la théorie de Wagner (1951) exprime que la réaction d'oxydation est contrôlée par la diffusion des ions dans la couche d'oxyde déjà formée sous l'effet combiné des gradients de concentration des différentes espèces et des champs électriques générés par les déplacements. La cinétique d'oxydation peut être accélérée par des raccourcis de diffusion tels que les joints de grains pour l'alumine (Quaddakers, Holzbrecher, Brief et Besk, 1989). D'autre part, Wagner (1952) montre que l'épaisseur d'une couche d'oxyde dense et adhérente dont la croissance est monodirectionnelle perpendiculairement à la surface du métal vérifie la relation  $\Phi = \xi/y$  où  $\Phi$  est le rapport de Pilling-Bedworth,  $\xi$  est l'épaisseur d'oxyde formée et  $y$  est l'épaisseur de métal consommée par l'oxydation. Si la croissance de la couche d'oxyde était isotrope, la relation prévue serait plutôt  $\Phi = \xi^3/y$ . Cependant l'expérience (Evans, 1995) ne vérifie jamais cette dernière relation et s'approche toujours de la première.

Bien que la direction de croissance adoptée par les oxydes soit donc souvent orientée vers la direction libre, perpendiculaire à l'interface, la réaction d'oxydation est à l'origine de perturbations chimiques locales dans l'oxyde et le métal proches de l'interface.

Les deux paragraphes qui suivent décrivent des mécanismes d'accommodation des perturbations interfaciales qui pourraient être à l'origine de fortes contraintes dans le cas de l'oxydation de métaux purs qui ne sont de surcroît pas protégés par une couche supplémentaire de céramique. Ils ne sont que partiellement transposables au cas de l'étude puisque l'oxydation de la sous-couche NiAl est plus complexe.

#### *V.3.1.1.1. Mécanisme de croissance cationique*

Lors de la croissance cationique d'une couche d'alumine exomorphique, l'oxyde frais se forme à la surface de la couche d'oxyde dans un espace libre. L'oxyde a tendance à croître de manière anisotrope, dans la direction libre et les contraintes générées au niveau de l'oxyde frais, en surface, sont faibles (Stringer, 1970).

Pierragi et Rapp (1988) ont examiné les modifications subies par l'interface métal/oxyde pour la croissance cationique par échange lacunaire et ont montré que des contraintes peuvent en résulter. Le flux de lacunes s'oppose au flux de cations métalliques. Lorsque les lacunes arrivent à l'interface métal/oxyde, elle peuvent se perdre dans le métal dont le volume reste inchangé ou bien être annihilées à l'interface et dans ce cas l'interface métal/oxyde change de position. Les lacunes métalliques à l'interface métal/oxyde sont annihilées grâce au transfert dans le métal par montée, d'une certaine quantité de dislocations intrinsèques. Si les deux couches sont en épitaxie, cette relation est conservée par un ajustement de la distance entre les dislocations interfaciales restantes qui s'écartent donc de leur position d'équilibre, ce qui crée une contrainte de tension dans le métal et une contrainte de compression dans l'oxyde. Au-dessus d'une déformation interfaciale critique, le glissement des dislocations du métal vers la couche d'oxyde fournit, d'après cet auteur, de nouvelles dislocations à l'interface. Cela engendre des déformations plastiques dans le métal et dans l'oxyde. Il faut préciser cependant que la déformation plastique de l'oxyde est un phénomène très controversé (Schütze 1990, Evans 1995). Evans (1988) donne une condition pour que l'annihilation des lacunes soit possible à l'interface et qui dépend du temps de résidence d'une lacune à l'interface. Ce temps détermine la distance de diffusion dans l'interface et de là, la probabilité de rencontrer un site d'annihilation. Le temps de résidence  $\tau$  est lié à l'énergie  $\Delta E_v$  qui doit être fournie à la lacune pour la déplacer de l'interface vers le réseau métallique:  $\tau = \frac{1}{v} \exp\left(\frac{\Delta E_v}{kT}\right)$ , où  $k$  est la constante de Boltzmann,  $T$  la température absolue,  $v$  est la fréquence de vibration du réseau métallique. La distance moyenne de diffusion à l'interface  $z$  est:  $z = \sqrt{2D_i \tau}$ . L'annihilation a lieu si cette distance est du même ordre de grandeur que la distance moyenne entre deux sites d'annihilation. Sinon, les lacunes peuvent se perdre dans le métal ou encore migrer le long de l'interface pour coalescer en cavités interfaciales.

D'autres auteurs contestent les hypothèses de Pierragi et Rapp en argumentant que la montée ou le glissement des dislocations intrinsèques, sites d'annihilation, demande des contraintes trop importantes. Evans (1988) suppose l'annihilation sur des dislocations extrinsèques. Robertson et Manning (1988) proposent une annihilation sur des défauts qui présentent une rupture dans leur circuit de Burgers (Figure V.36). Sur la figure V.36, on voit que l'annihilation de la lacune a lieu par le saut de l'atome situé à l'extrémité du plan incomplet et que le substrat métallique est ainsi consommé progressivement. Les forces mises en jeu pour ce mécanisme sont faibles.

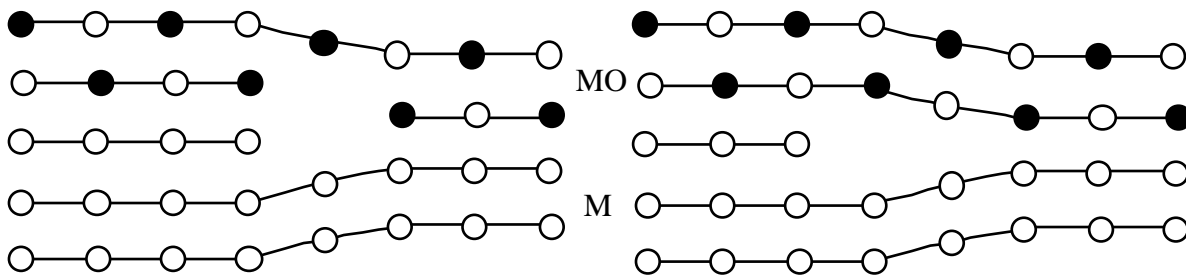


Figure V.36: mécanisme d'annihilation de lacunes par montée d'un atome. D'après Robertson et Manning (1988).

#### V.3.1.1.2. Mécanisme de croissance anionique

Dans un mécanisme d'oxydation anionique, l'oxyde frais se forme en milieu confiné à l'interface métal/oxyde. Cela pourrait générer des contraintes très importantes s'il n'existait pas des mécanismes d'accommodation qui expliquent que de faibles contraintes puissent parfois être mesurées.

Les contraintes peuvent être très faibles si des lacunes participent à la réaction de diffusion ionique. La diffusion du métal crée alors des espaces interfaciaux dans lesquels l'oxyde frais va se former (Evans, Norfolk et Swan, 1978). Dans le cas de la figure V.37, la croissance anionique est assurée par un échange de lacunes dans l'oxyde et le métal. Le déplacement des lacunes est possible s'il existe un faible gradient de contraintes dans le système. Ainsi, les forces mises en jeu par ce mécanisme sont faibles.

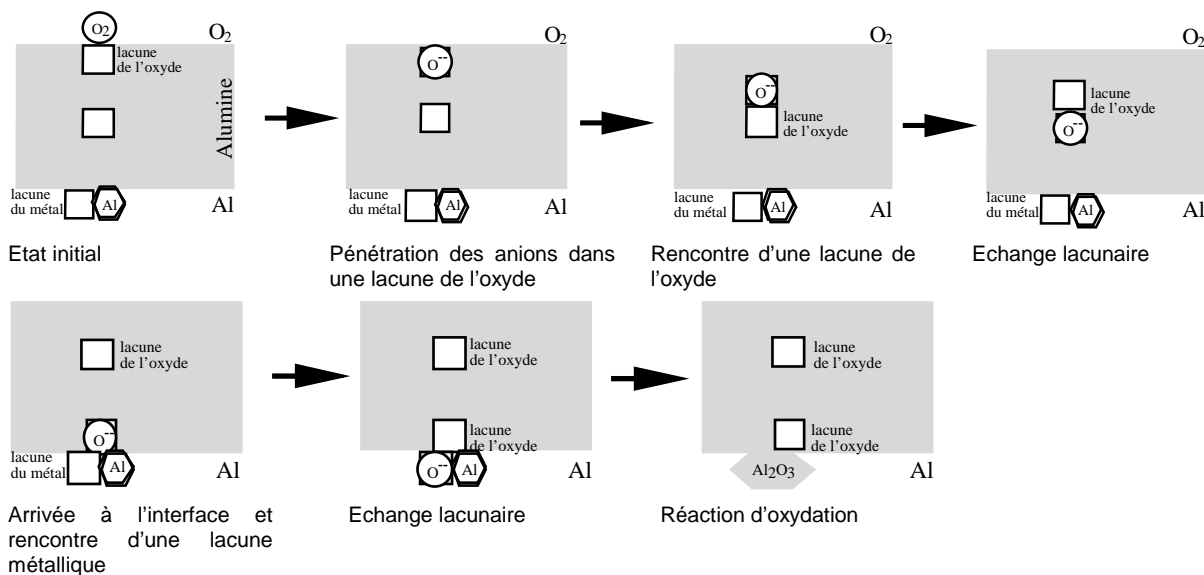


Figure V.37: mécanisme de croissance anionique par échange lacunaire. D'après Evans, Norfolk et Swan (1978).

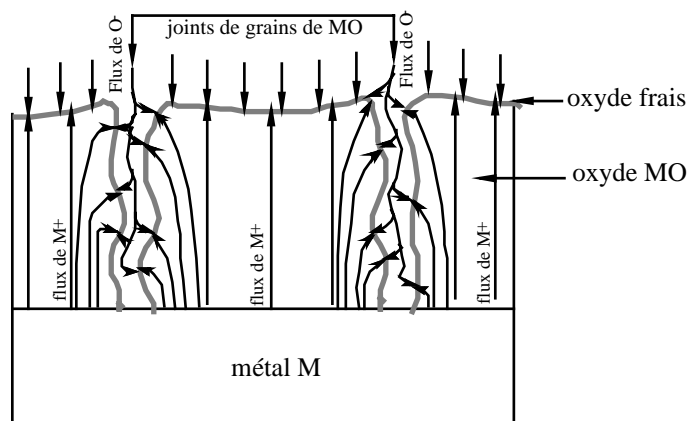
### V.3.1.2 Causes de la génération de contraintes

#### V.3.1.2.1. Substrat parfaitement plan en contact avec le gaz oxydant

Les deux paragraphes précédents se sont placés dans des cas idéaux d'oxydation purement cationique ou purement anionique et ont montré qu'il existe des mécanismes d'accommodation microstructuraux qui rendent le système très peu contraint.

En dehors de ces deux cas idéaux, de nombreuses causes peuvent induire des contraintes de croissance:

- l'oxygène en solution dans le substrat métallique (Donaldson, Evans, 1981);
- l'épitaxie (Fromhold, 1975) qui peut être accommodée à haute température (voir paragraphe V.3.1.1.1);
- les changements de phase (Borie, Sparks, Cathcart, 1962);
- l'oxydation sub-interfaciale dans le métal (Stott et Wood, 1988);
- l'oxydation intra-oxyde (Rhines et Wolf, 1970). D'après la théorie de Wagner, c'est l'ion qui diffuse le plus rapidement qui détermine le mécanisme d'oxydation et généralement la vitesse de diffusion de l'anion ou du cation est très supérieure ce qui conduit à une diffusion anionique ou cationique. Cependant, l'existence de raccourcis de diffusion pour l'un ou l'autre des ions peut conduire à une réaction d'oxydation dans la couche d'oxyde (Figure V.38). Ce concept est important car il est observé dans la formation des couches d'alumine (Golightly et Stott, 1979).



**Figure V.38:** oxydation des joints de grains due à une combinaison du mécanisme cationique et des raccourcis de diffusion. D'après Rhines et Wolf (1970).

Les contraintes de compression induites par ce mécanisme peuvent atteindre plusieurs centaines de MPa (Srolovitz et Ramanarayanan, 1984);

- la formation d'oxyde interfacial: Les mécanismes d'accommodation des contraintes locales dues à une croissance anionique par échange anion/lacune peuvent être inefficaces si l'équilibre entre les flux des espèces n'est pas parfait. Cela revient à dire que le taux de création d'espace à l'interface est plus faible que le taux d'augmentation de volume dû à l'oxydation. Les contraintes générées dans le cas le plus défavorable, où aucun espace n'est

créé pour le nouvel oxyde et où aucune plasticité n'est développée, ont été calculées par Evans (1983). Il suppose que le volume du nouvel oxyde formé est très inférieur à la distance entre deux sources de dislocations de telle sorte qu'elles ne puissent pas être activées. L'inclusion de l'oxyde est modélisée par une dilatation linéique le long de l'interface, qui perturbe le champ de contrainte local proportionnellement à l'inverse de la distance jusqu'au centre de la perturbation. La contrainte moyenne dans l'oxyde est donnée par l'expression V.24.

$$\bar{\sigma}_1 = \frac{4aE_m\Phi^{1/3}}{\lambda\pi\xi} \left[ \lambda - a \tan^{-1} \left( \frac{\lambda}{a} \right) \right] \quad \text{V.24}$$

où  $a$  est le rayon de l'inclusion linéique;

$\lambda$  est la taille de grain de l'oxyde;

$E_m$  est le module d'Young du métal;

$\Phi$  est le rapport de Pilling-Bedworth;

$\xi$  est l'épaisseur de la couche d'oxyde.

Il en résulte de très fortes contraintes de compression de l'ordre de quelques centaines de MPa pour une taille de grain de l'oxyde de l'ordre du micron et une inclusion de 10nm de rayon;

- changement de phase de l'oxyde: Hindam et Smeltzer (1980) ont identifié de l'alumine en phase  $\gamma$  métastable qui se forme sur une épaisseur de quelques nanomètres sur un substrat polycristallin de  $\beta$ -NiAl à 1100°C pendant 5 minutes. La transformation de l'alumine  $\gamma$  en sa variété allotropique stable  $\alpha$  s'accompagne d'une diminution de volume qui induit des contraintes de compression aux alentours de la zone qui s'est transformée;

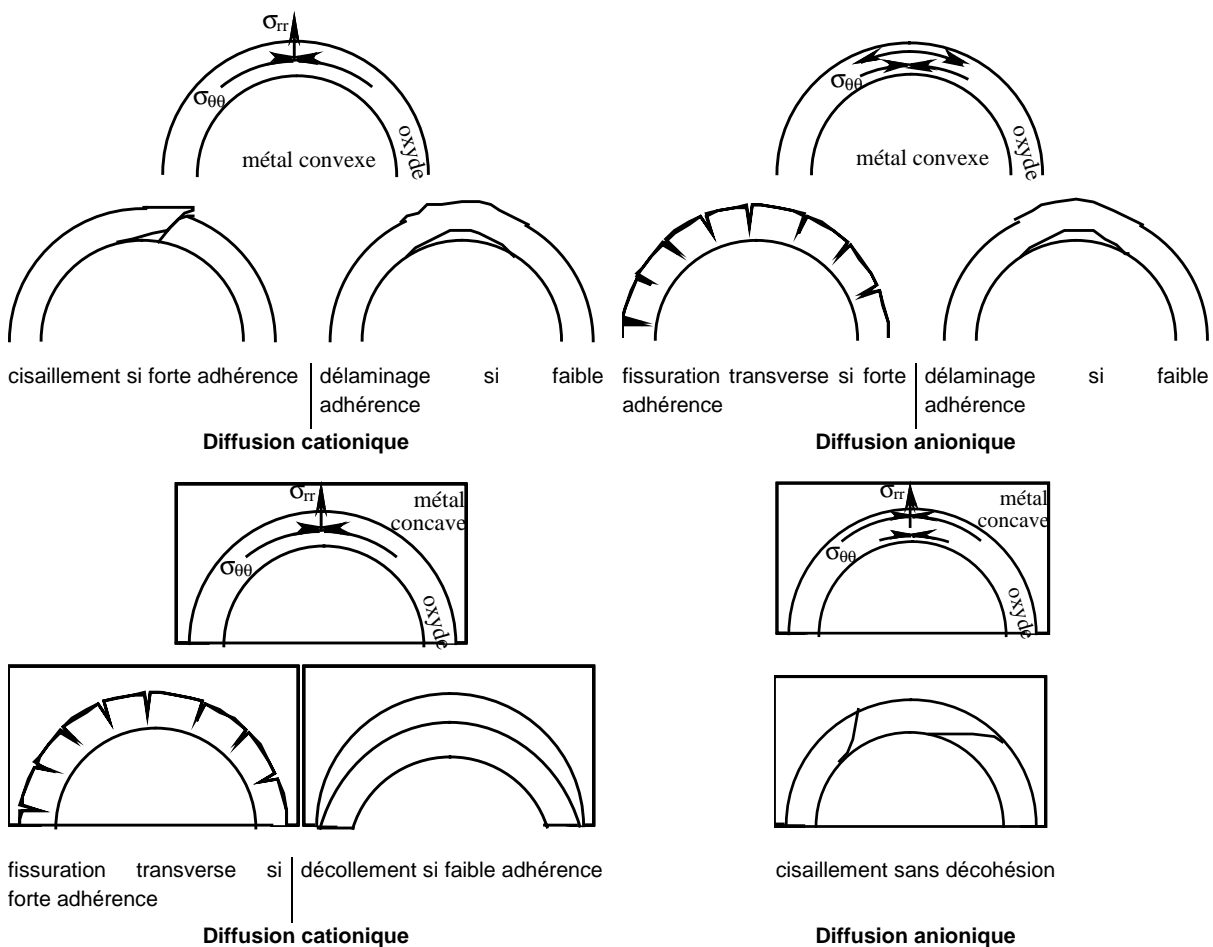
- perturbation de la croissance par une couche de céramique de barrière thermique. Ce point sera développé au paragraphe V.3.1.2.3.

#### V.3.1.2.2. Substrat présentant une courbure macroscopique en contact avec l'oxydant

Dans le paragraphe V.3.1.1 précédent consacré aux substrats plans, il a été montré que des contraintes peuvent se développer dans l'oxyde par des mécanismes particuliers mais que les mécanismes d'oxydation principaux (anionique et cationique) n'engendrent que de faibles contraintes.

Dans le cas d'un substrat courbe (cas des éprouvettes d'essais mécaniques) la situation est totalement différente, même pour les deux mécanismes d'oxydation principaux (Hancock et Hurst, 1974 ainsi que Hancock, 1980). La figure V.39 présente les quatre cas qui seront discutés ci-dessous. Dans chaque cas de figure, le premier schéma indique l'état de contrainte subi par la couche d'oxyde. Les autres schémas décrivent les mécanismes de rupture qui peuvent être déclenchés par l'état du système.





**Figure V.39:** état de contrainte de la couche d'oxyde et mécanisme de rupture qui en résulte. D'après Hancock et Hurst (1974).

Dans le cas de la diffusion cationique, on a vu au paragraphe V.3.1.1.1, lors de l'explication des micromécanismes mis en jeu, que l'accommodation des contraintes interfaciales, qui laisse un système faiblement contraint sur un substrat plan, est assurée par un échange lacunaire qui consomme le métal et translate l'interface oxyde-métal vers le coeur du métal. Le nouvel oxyde se forme à la surface libre tandis que le substrat se rétracte.

Si la courbure du substrat est convexe, le retrait du métal dû à l'échange lacunaire est équivalent à une concentration par différence de coefficient de dilatation entre l'oxyde et le métal. Il en résulte des contraintes de compression ortho-radiales  $\sigma_{\theta\theta}$  dont la résultante  $\sigma_{rr}$  est une contrainte radiale de tension dans l'oxyde par rapport au métal. Deux mécanismes de rupture peuvent en résulter: un décollement discret d'une partie de l'oxyde qui se rompt en cisaillement si l'adhérence interfaciale est forte et un délaminage si l'adhérence est faible.

Si la courbure du substrat est concave, la résultante des contraintes ortho-radiales de compression est une contrainte radiale de compression vers le métal. Si l'adhérence interfaciale est forte, cette contrainte radiale qui plaque la couche d'oxyde vers le métal entraîne un fléchissement de l'oxyde qui peut fissurer élastiquement du côté du métal. En revanche si l'adhérence interfaciale est faible, le fléchissement ne sera pas accepté et la couche d'oxyde toute entière peut se décoller.

En diffusion anionique, le nouvel oxyde est formé à l'interface oxyde/métal. Sur un substrat convexe, la surface interne de l'oxyde (côté métal) est inférieure à la surface externe si bien qu'il n'y a pas d'équilibre entre le flux d'anions et le flux de cations et de lacunes. Le nouvel oxyde se trouve confiné dans un petit espace tandis que l'oxyde plus ancien est mis en tension par la croissance du nouvel oxyde. Les contraintes ortho-radiales sont donc en compression du côté du métal et en traction vers l'extérieur de la couche d'oxyde. Les contraintes de traction peuvent conduire à une fissuration transverse localisée à l'extérieur de la couche dans la zone en tension. La zone interne en compression empêche les fissures de traverser toute la couche. Mais si l'adhérence interfaciale est faible, on assistera au délaminage de la couche d'oxyde, provoqué par les contraintes de compression, avant que les contraintes de traction n'aient pu développer des fissures transverses.

Enfin, si le substrat est concave, les contraintes ortho-radiales sont en compression dans toute la couche d'oxyde mais leur amplitude varie beaucoup. Elles sont fortes à l'extérieur de la couche et faibles du côté de l'interface. Cela entraîne une rupture de la couche d'oxyde par cisaillement sans décohésion interfaciale.

#### *V.3.1.2.3. Effet de la couche de céramique au-dessus de l'oxyde:*

L'effet de la zircone n'est plus négligeable lorsque le substrat est courbe. La croissance des colonnes de zircone a lieu de manière équiaxe sur quelques microns depuis la sous-couche, puis de manière colonnaire, perpendiculairement à la surface de la sous-couche.

L'effet de la rugosité du substrat est illustré dans la publication de Singheiser, Steinbrech, Quaddakers, Clemens et Siebert (1998) où l'on voit des colonnes de zircone parfaitement parallèles sur une sous-couche polie et des colonnes désorientées, dont la croissance est gênée par les colonnes adjacentes sur une sous-couche rugueuse. Il est probable que la rugosité entraîne donc la génération de contraintes internes à la couche d'oxyde. Cependant, il subsiste une très forte porosité intercolonnaire qui ne devrait pas modifier les flux d'apport d'oxygène sur la sous-couche.

La croissance sous les petits grains équiaxes de zircone côté sous-couche peut être influencée par la rugosité sous la zircone. En effet, l'espace disponible entre la base de deux colonnes est plus important que l'espace disponible sous une colonne. On peut envisager cependant la possibilité d'une accommodation de ces irrégularités sur une échelle de quelques colonnes de telle sorte que l'état de contrainte ne soit pas fortement modifié à condition de ne pas se placer à une échelle trop fine.

Un rayon de courbure macroscopique de la surface du substrat peut avoir une influence beaucoup plus forte sur l'ensemble de la couche d'oxyde.

Dans le cas d'un rayon de courbure convexe par rapport au substrat (cas d'un cylindre), la croissance des colonnes de zircone est facilitée et la couche d'oxyde ne devrait pas être affectée par la céramique. On retrouve donc seulement les mécanismes décrits par la figure V.39.

Si le rayon de courbure est concave (courbure inversée de l'éprouvette AG2C), la croissance des colonnes de zircone sera d'autant plus contrainte par les colonnes adjacentes que la couche est épaisse. Comme le montre la figure V.40 à gauche, la surface de la couche de zircone est mise en compression et il en résulte une mise en tension ortho-radiale de la base de la couche de zircone côté sous-couche et un moment de flexion qui tend à défléchir la zircone. La figure V.40 de droite montre l'effet de la croissance de la zircone sur un substrat concave s'il n'y avait aucune adhérence avec la

sous-couche. Dans ce cas, la zircone se décollerait mais comme l'adhérence existe le déplacement représenté sur la figure V.40 est nul et compensé par une contrainte radiale qui existe à la température de dépôt de la zircone, c'est à dire 1100°C qui est aussi la température choisie pour nos oxydations.

En conséquence, l'oxyde croît en milieu contraint par une dépression hydrostatique. Cela peut diminuer les contraintes de croissance ou encore modifier la cinétique d'oxydation comme nous le verrons au paragraphe V.4.

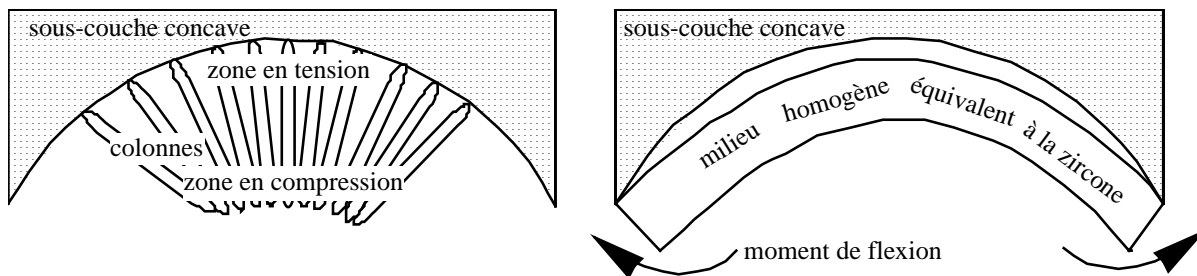


Figure V.40: croissances de la zircone sur un substrat concave.

### V.3.2. Application de la théorie au système de l'étude

Les hypothèses de mécanismes d'oxydation choisies pour le calcul de contraintes de croissance sont déterminantes quant au résultat obtenu. Le calcul sera effectué dans le cas d'un substrat plan en choisissant des hypothèses de croissance assez défavorables. On négligera l'effet de dépression hydrostatique induit par la flexion de la zircone sur un substrat concave et on déduira les contraintes de croissance sur substrat courbe des expressions calculées sur substrat plan, par la même approximation qui a été faite pour le calcul des contraintes thermiques au paragraphe V.2.7, expression V.22.

#### V.3.2.1. Les modèles de calcul des contraintes de croissance

##### *V.3.2.1.1. Cas d'une expansion isotrope de l'oxyde.*

Le modèle établi par Bernstein (1987) est basé sur le calcul de l'état de contraintes induit par quatre étapes successives décrites par la figure V.41.

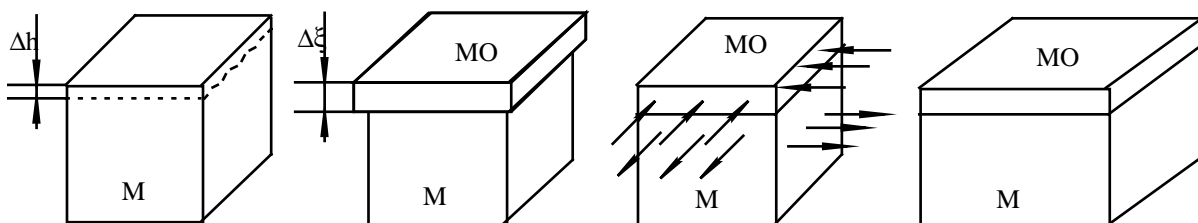


Figure V.41: modélisation des contraintes de croissance de l'oxyde. D'après Bernstein (1987).

A la première étape, une fine épaisseur  $\Delta h$  de métal est oxydée pour former une épaisseur d'oxyde  $\Delta \xi$ . Cette croissance est réalisée virtuellement sans contrainte, comme si la liaison interfaciale n'existait pas. A la troisième étape, un champ de contraintes comprime ou étend l'oxyde, pour que sa surface soit égale à la surface du métal. Dans le métal il apparaît des forces qui s'opposent à ce champ de contrainte. Enfin, la dernière étape est la déformation visco-élastique, causée par les contraintes, du système métal/oxyde supposé à présent solidaire.

Le tenseur des déformations totales est décomposé en trois tenseurs (expression V.25).

$$\underline{\epsilon}_t = \underline{\epsilon}_{el} + \underline{\epsilon}_c + \underline{\epsilon}_v \quad \text{V.25}$$

où les indices t, él, c, et v représentent respectivement les déformations totale, élastique, de fluage (creep) et volumétrique (la déformation de croissance de l'oxyde est supposée isotrope).

L'expression de la déformation volumétrique utilisée est très couramment rencontrée dans la bibliographie. Elle considère l'expansion isotrope due à l'oxydation d'un cube de volume  $l^3$ . Après oxydation, le volume est  $l^3(1+\epsilon_v)^3$ . Puis en introduisant le rapport de Pilling-Bedworth,  $\Phi$  on obtient l'expression finale V.26.

$$\epsilon_v = \Phi^{1/3} - 1 \quad \text{V.26}$$

De nombreux auteurs (Holmes, Pascoe, 1972; Touati, Roelandt, Armanet, Béranger, 1992) constatent expérimentalement la nécessité de corriger cette expression d'un facteur multiplicatif  $\omega$ . La correction est loin d'être négligeable puisque  $\omega$  est de l'ordre de 0,18 pour NiO (rapport de Pilling-Bedworth=1,65) ce qui laisse sceptique quant à la validité de l'expression V.26. De plus, elle ne permet pas d'exprimer une croissance d'oxyde en des sites privilégiés tels que les joints de grains pour l'alumine. Un autre facteur correctif doit alors être introduit pour donner l'expression V.27 dont les paramètres sont explicités par la figure V.42.

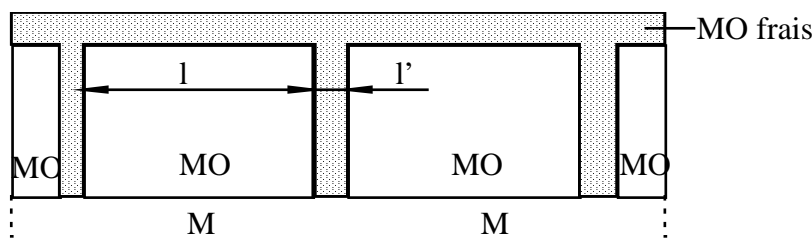


Figure V.42: schématisation de l'oxydation aux joints de grains de l'oxyde.

$$\epsilon_v = \frac{l'}{l} (\sqrt[3]{\Phi} - 1) \quad \text{V.27}$$

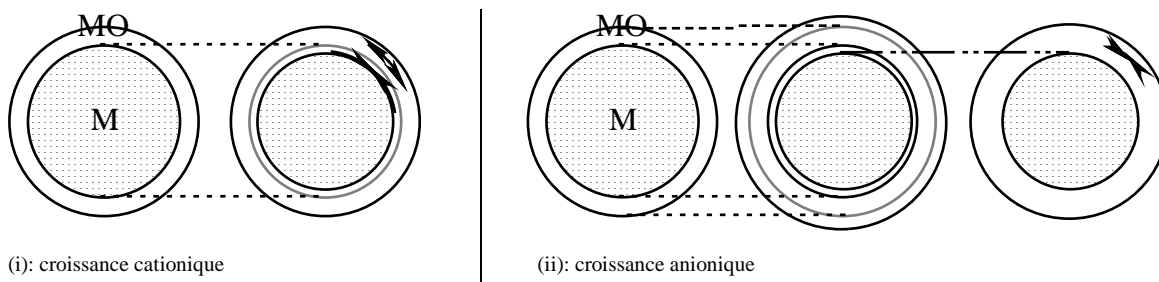
où  $l$  est la taille d'un grain d'oxyde MO;

$l'$  est l'épaisseur d'oxyde nouvellement formé aux joints de grains du vieil oxyde.

#### V.3.2.1.2. Introduction du rayon de courbure du métal.

L'approche de Hsueh et Evans (1983) aborde le cas d'un substrat courbe de manière très intéressante en distinguant le mécanisme anionique et cationique et obtient des résultats en accord avec les prédictions qualitatives de Hancock et Hurst (1974) présentées au paragraphe V.3.1.2.2.

Comme pour le calcul des contraintes thermiques générées par un substrat courbe (paragraphe V.2.7, Evans, Crumley et Démaray, 1983) on considère des séquences d'Eshelby entre le métal cylindrique et une couronne d'oxyde. Dans le cas d'une oxydation anionique avec une interface désolidarisée virtuellement, le contact interfacial n'est jamais rompu pendant la croissance et l'oxyde qui s'y forme développe des contraintes de compression, tandis que la zone externe de l'oxyde est mise en tension (Figure V.43.i). En oxydation cationique, le métal est consommé et l'oxyde qui en résulte se dépose à la surface de la couronne. Dans la deuxième étape de la séquence d'Eshelby, lorsque l'on resolidarise le métal et l'oxyde, de fortes contraintes de compression se développent dans l'oxyde (Figure V.43.ii).



**Figure V.43:** séquences d'Eshelby du modèle de Hsueh et Evans (1983).

Dans l'hypothèse où l'oxydation est purement radiale, les équations différentielles qui régissent les déplacements dans le métal et l'oxyde sont données respectivement par les expressions V.28 et V.29.

$$\frac{d^2u}{dr^2} + \frac{1}{r} \frac{du}{dr} - \frac{u}{r^2} = 0 \quad \text{V.28}$$

$$\frac{d^2u}{dr^2} + \frac{1}{r} \frac{du}{dr} - \frac{u}{r^2} = \frac{d\varepsilon}{dr} + \frac{1 - 2\nu_{ox}}{1 - \nu_{ox}} \frac{\varepsilon}{r} \quad \text{V.29}$$

La résolution de ces équations différentielles dépend des conditions aux limites données par le type de mécanisme d'oxydation anionique ou cationique.

### V.3.2.2. Modélisation physique de l'oxydation

#### *V.3.2.2.1. Modèle de Manning (1981)*

Les deux modèles présentés ci-dessus se placent dans des cas de figures qu'il est difficile d'appliquer au système de l'étude. D'une part, l'approche de Bernstein utilise des expressions très approximatives (expression V.26) pour calculer les déformations dues à l'oxydation. D'autre part, l'approche d'Evans est assez restrictive car elle se place dans deux cas extrêmes d'oxydation anionique ou cationique.

Le formalisme que l'on se propose d'établir pour ce travail s'inspire des travaux de Manning (1981) qui souligne que les modèles qui déterminent les contraintes de croissance à partir du seul rapport de Pilling-Bedworth sont on ne peut plus approximatifs.

La figure V.44 définit les paramètres du modèle. Considérons à l'instant  $t$  un métal  $M$  recouvert d'une couche d'oxyde  $MO$ . Soit  $dh$  l'épaisseur de métal oxydé pendant le temps  $dt$ . L'épaisseur d'oxyde formée pendant  $dt$  est  $\Phi dh$  où  $\Phi$  est le rapport de Pilling-Bedworth (rapport volumique d'oxyde formé et de métal consommé).

Le métal qui a été consommé pendant  $dt$  peut provenir du coeur du métal en étant transporté par des amas de lacunes ou de la zone du métal directement sub-interfaciale. Soit  $V$  la fraction volumique de métal venant du coeur et  $(1-V)$  la fraction venant de la zone sub-interfaciale.

Supposons encore que le mécanisme d'oxydation comporte une part anionique et une part cationique. Soit  $\alpha$  la fraction volumique d'oxyde formé par voie cationique et  $(1-\alpha)$  la fraction formée par voie anionique.

Sur la figure V.44 on identifie les épaisseurs suivantes:

- $\alpha dh$ : épaisseur d'alumine formée pendant  $dt$  à la surface de la couche qui existait à l'instant  $t$ ;
- $(1-\alpha)dh$ : épaisseur d'alumine formée pendant  $dt$  à l'interface métal/oxyde. Si  $V=1$ , la cote de l'interface  $M/MO$  ne change pas. Si  $V=0$ , la cote de l'interface  $M/MO$  diminue de  $(1-\alpha)dh$ ;
- $(1-V)dh$ : profondeur de métal consommé en sub-surface et donc variation de cote de l'interface  $M/MO$ ;

Considérons un point  $P$  quelconque inclus dans l'oxyde à l'instant  $t$ . La vitesse de déplacement de ce point est donnée par l'expression V.30.

$$\frac{dy_P}{dt} = [\Phi(1-\alpha) - (1-V)] \frac{dh}{dt} = M \frac{dh}{dt} \quad \text{V.30}$$

$dh/dt$  ne doit pas être confondu avec le taux de création d'épaisseur d'oxyde puisqu'il s'agit du taux de consommation du métal par oxydation.

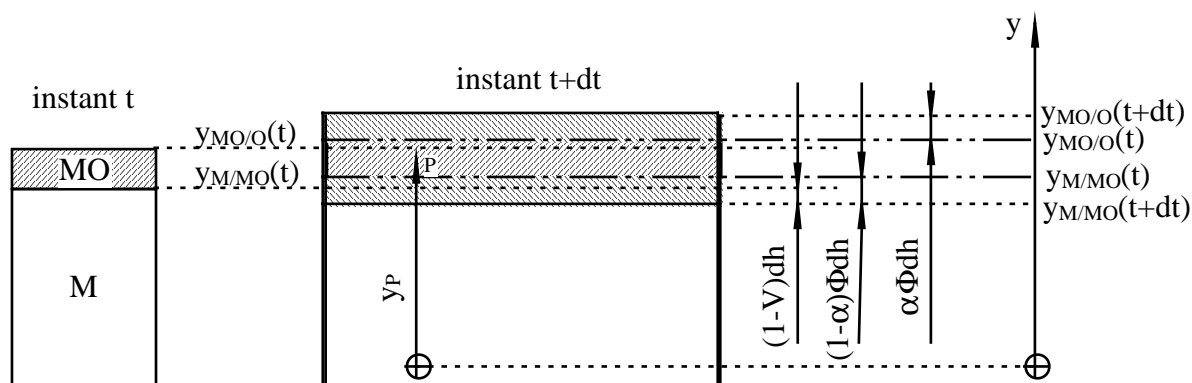


Figure V.44: modélisation du déplacement des interfaces par oxydation. D'après Manning (1981).

Manning suppose que la croissance est entièrement perpendiculaire à l'interface et de ce fait, un substrat plan ne contient que des contraintes tangentielles (mis à part les effets de bords qui sont

négligés). Lorsque la surface du métal est courbe, les expressions V.31 et V.32 permettent de déterminer l'état de contrainte dans l'oxyde.

$$\dot{\epsilon}_{\theta\theta} = -M \frac{1}{R} \frac{dh}{dt} \quad \text{V.31}$$

$$\sigma_{rr} = -\frac{R}{\Phi h} \sigma_{\theta\theta} \quad \text{V.32}$$

où  $R$  est le rayon de l'interface métal/oxyde;

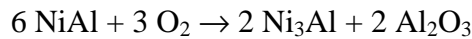
$\Phi h$  est l'épaisseur d'oxyde.

La convention de signe qui est utilisée dans les expressions V.31 et V.32 est l'inverse de celle de Manning qui considère que les contraintes de compressions sont positives.

#### V.3.2.2.2. Hypothèse de changement de phase dans le cas de l'étude

Les cas expérimentaux étudiés par Manning sur l'oxyde d'aluminium concernent l'anodisation du métal pur. Le paramètre  $\Phi$  du modèle est donc pleinement déterminé puisqu'il s'agit du rapport de Pilling-Bedworth. Dans notre cas, l'oxydation de la sous-couche est plus complexe et il est nécessaire de calculer un changement de volume associé à l'oxydation de NiAl.

Nous faisons l'hypothèse que le changement de volume est lié à la transformation:



NiAl est de structure cubique centrée de paramètre de maille  $2,8864 \text{ \AA}$ ,  $\text{Ni}_3\text{Al}$  est cubique à faces centrées de type  $L1_2$  de paramètre  $3,5655 \text{ \AA}$  et la structure la plus courante de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  est la phase  $\alpha$ , rhomboédrique de type  $D5_1$ , avec  $a=b=4,754 \text{ \AA}$  et  $c=12,98 \text{ \AA}$ .

Pour que la réaction chimique soit stoechiométrique, il faut que 18 mailles de NiAl réagissent avec 6 mailles de  $\text{Ni}_3\text{Al}$  pour donner 1 maille de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .

Le changement de volume associé à cette réaction est  $\Delta V/V_0 = 0,215$ .

#### V.3.2.2.3. Mesure expérimentale du déplacement des interfaces dû à l'oxydation.

Deux échantillons plans ont été utilisés, l'un brut d'élaboration et le second oxydé pendant 64h à  $1100^\circ\text{C}$ . Les coupes transversales sont observées en microscopie électronique à balayage en position eucentrique. Pour les deux échantillons, une référence commune de mesure est prise à l'interface substrat/sous-couche. Cette référence commune est confirmée par la position invariante des précipités d'alumine entre la sous-couche interne et la sous-couche externe. Cinquante mesures espacées de  $15\mu\text{m}$  sont effectuées sur les deux échantillons.

La figure V.45 localise les trois paramètres mesurés expérimentalement,  $y_\beta(t=0)$ ,  $y_{\beta+\gamma'}(t_{\text{fin}})$  et  $y_{\beta+\gamma'+\text{ox}}(t_{\text{fin}})$

La figure V.46 est une schématisation de la figure V.45 et montre les phases qui sont mises en jeu dans le modèle. La réaction chimique fondamentale du modèle est la transformation de la phase NiAl en alumine  $\text{Al}_2\text{O}_3$  et en  $\text{Ni}_3\text{Al}$ . La référence de mesure étant prise à l'interface sous-couche interne/substrat, la sous-couche interne ne subit aucune modification dimensionnelle pendant l'oxydation. En revanche les trois phases dont les épaisseurs constituent des variables du modèle, sont l'aluminiure de nickel en phase  $\beta$  (sous-couche saine et non affectée par l'oxydation, indice  $\beta$ ), une phase  $\gamma'$  qui provient de l'appauvrissement de la phase  $\beta$  en aluminium pour former l'oxyde alumine (désigné par l'indice  $\gamma'$ ) et la couche d'alumine (indice ox).

Les paramètres du modèle de Manning  $h$ ,  $V$  et  $\alpha$  sont placés sur la figure. Le paramètre  $\Psi$  est comparable au rapport de Pilling-Bedworth du modèle de Manning calculé pour la transformation de l'aluminium en alumine mais sa signification est un peu différente ici. Si la croissance de la couche d'alumine est unidirectionnelle,  $\Psi$  est le rapport de Pilling-Bedworth relatif à la réaction d'oxydation de NiAl. Si en revanche la croissance n'est pas unidirectionnelle, il faut définir un rapport tensoriel dont  $\Psi$  est la composante normale à l'interface.

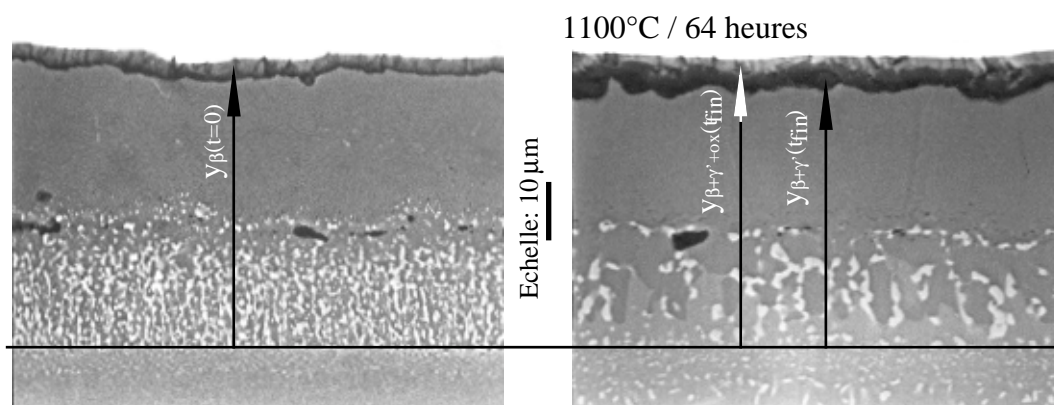


Figure V.45: mesure expérimentale du déplacement des interfaces par oxydation.

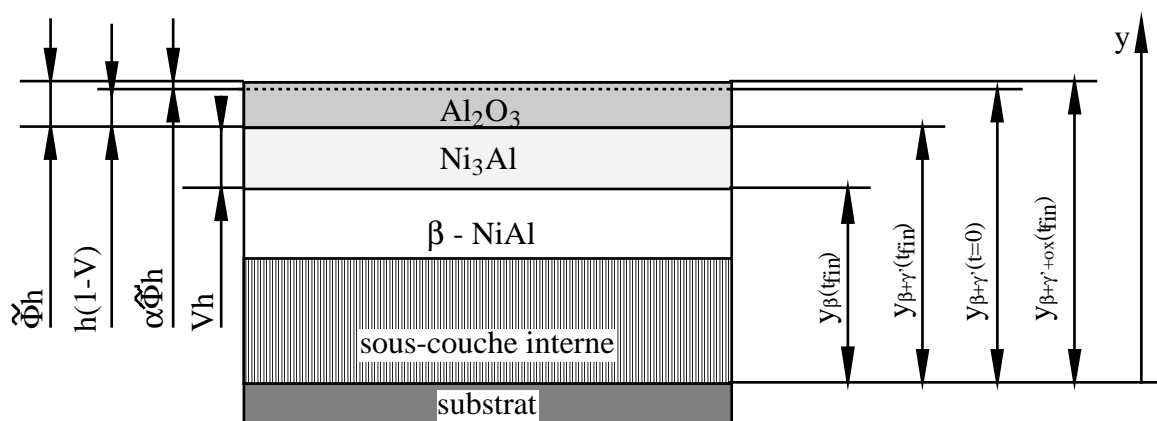


Figure V.46: schématisation du modèle

Les mesures donnent les résultats suivants:

cote initiale de l'interface alumine/sous-couche:  $y_{\beta}(t=0)_{\text{moy}} = 51,199 \text{ } \mu\text{m}$ ;



cote finale de l'interface alumine/sous-couche:  $y_{\beta+\gamma'}(t_{\text{fin}})_{\text{moy}} = 48,54 \mu\text{m}$ ;

cote finale de l'interface alumine/zircone:  $y_{\beta+\gamma'+\text{ox}}(t_{\text{fin}})_{\text{moy}} = 52,03 \mu\text{m}$ .

Le paramètre  $y_{\beta}(t_{\text{fin}})$  n'est pas accessible par l'observation et sera déduit du modèle.

*V.3.2.2.4. Application directe du modèle de Manning dans l'hypothèse d'une croissance unidirectionnelle normale à la surface.*

Les mesures expérimentales conduisent aux valeurs suivantes:

$$\Psi h = 3,49 \mu\text{m} \quad \text{V.33}$$

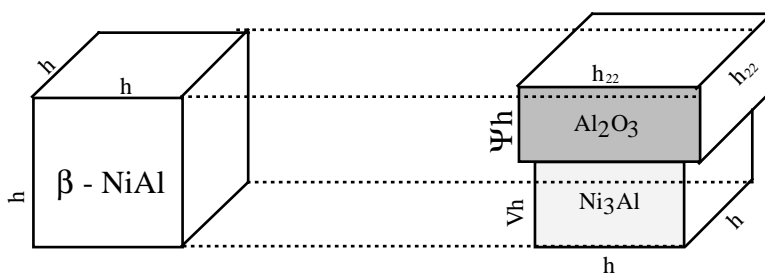
$$\alpha \Psi h = 0,831 \mu\text{m} \quad \text{V.34}$$

$$h(1-V) = 2,659 \mu\text{m} \quad \text{V.35}$$

*V.3.2.2.5. Modèle de croissance orthotrope.*

Comme l'illustre la figure V.47, on suppose qu'un cube de  $\beta$ -NiAl de côté  $h$  se transforme en deux parallélépipèdes rectangles à base carrée. On suppose que la base du parallélépipède de  $\text{Ni}_3\text{Al}$  est un carré de côté  $h$ , comme celle du cube de  $\beta$ -NiAl. En revanche, la base de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  est un carré de côté  $h_{22}$  (déformation dans la direction tangentielle 22). La figure V.47 est la représentation des déplacements obtenus si chaque phase pouvait se déformer librement sans contraintes.

La surface de la base du parallélépipède de la phase  $\text{Ni}_3\text{Al}$  est égale à la surface de la base du cube initial de NiAl. La hauteur de la phase  $\text{Ni}_3\text{Al}$  est égale, en accord avec le schéma de la figure V.46, à  $Vh$ . Toujours en accord avec cette figure, la hauteur de la phase  $\text{Al}_2\text{O}_3$  est égale à  $\Psi h$ . En revanche, on introduit une variable du temps,  $h_{22}$  qui exprime l'anisotropie de croissance.



**Figure V.47:** modèle de changement de phase.

Les mesures expérimentales permettent d'obtenir le système d'équations des expressions V.33 à V.35.

D'autre part, le changement de volume total associé au changement de phase s'exprime par:

$$h_{22}^2 \Psi h + V h^3 - h^3 = 0,215 h^3 \quad \text{V.36}$$

Le rapport volumique entre les produits de la réaction s'exprime par:

$$h_{22}^2 \Psi = 0,934 V h^2 \quad \text{V.37}$$

La résolution de ce système de cinq équations (V.33 à V.37) mène aux valeurs suivantes des deux variables du temps pour l'instant  $t=64$  heures et des paramètres:

$h(t=64\text{ h}) = 7,15\text{ }\mu\text{m}$	$\alpha = 0,266$
$h_{22}(t=64\text{ h}) = 7,84\text{ }\mu\text{m}$	$\Psi = 0,488$
	$V = 0,611$
	$M = 0,033$

#### V.3.2.2.6. Modèle de croissance unidirectionnelle.

Si l'on suppose, comme l'a fait Manning, que les déformations tangentielles sont nulles, le modèle peut être appliqué directement en suivant le formalisme du paragraphe V.3.2.2.1. Dans ce cas,  $\Psi$  peut être remplacé par le rapport de Pilling-Bedworth  $\Phi$  qui est égal à 1,28 pour l'oxydation de l'aluminium pur. Les résultats sont les suivants:

$h(t=64\text{ h}) = 2,73\text{ }\mu\text{m}$	$\alpha = 0,23$
$h_{22}(t=64\text{ h}) = 0$	$V = 0,026$
	$M = 0,0116$

#### V.3.2.3. Expression des contraintes de croissance en fonction de l'épaisseur d'oxyde

Nous avons choisi de calculer les contraintes de croissance de la couche d'alumine dans le cas qui mène aux résultats les plus défavorables, c'est à dire le cas d'une croissance orthotrope pour lequel  $M$  est maximum et où il existe des contraintes tangentielles.

Nous distinguerons deux types de contraintes de croissance:

–  $\sigma_{g,n,ii}$  sont les contraintes de croissance selon la composante  $ii$  qui ont pour origine l'expansion normale du matériau par rapport à l'interface (indice  $n$ ). La déformation normale n'induit aucune contrainte si le substrat est plan. Elle est à l'origine de contraintes ortho-radiales et normales si le substrat est courbe.

Dans le cas d'un substrat plan, on a:  $\epsilon_{g,n,22}=0$  et  $\epsilon_{g,n,11}\neq 0$ .

$$\sigma_{g,n,22}=0 \text{ et } \sigma_{g,n,11}=0.$$

Dans le cas d'un substrat courbe, on a:  $\epsilon_{g,n,\theta\theta}=0$  et  $\epsilon_{g,n,r\theta}\neq 0$ .

$$\sigma_{g,n,\theta\theta}\neq 0 \text{ et } \sigma_{g,n,r\theta}\neq 0.$$

–  $\sigma_{g,t,ii}$  sont les contraintes de croissance selon la composante  $ii$  qui ont pour origine l'expansion tangentielle du matériau par rapport à l'interface (indice  $t$ ). La déformation tangentielle est à l'origine de contraintes tangentielles si le substrat est plan, les contraintes normales étant nulles. La déformation tangentielle est une déformation ortho-radiale qui génère des contraintes ortho-radiales et normales si le substrat est courbe.

Dans le cas d'un substrat plan, on a:  $\epsilon_{g,t,22}\neq 0$  et  $\epsilon_{g,t,11}=0$ .

$$\sigma_{g,t,22}\neq 0 \text{ et } \sigma_{g,t,11}=0.$$

Dans le cas d'un substrat courbe, on a:  $\epsilon_{g,t,\theta\theta} \neq 0$  et  $\epsilon_{g,t,r} = 0$ .  
 $\sigma_{g,t,\theta\theta} \neq 0$  et  $\sigma_{g,t,r} = 0$ .

#### V.3.2.3.1. Expression des contraintes ayant pour origine l'expansion normale.

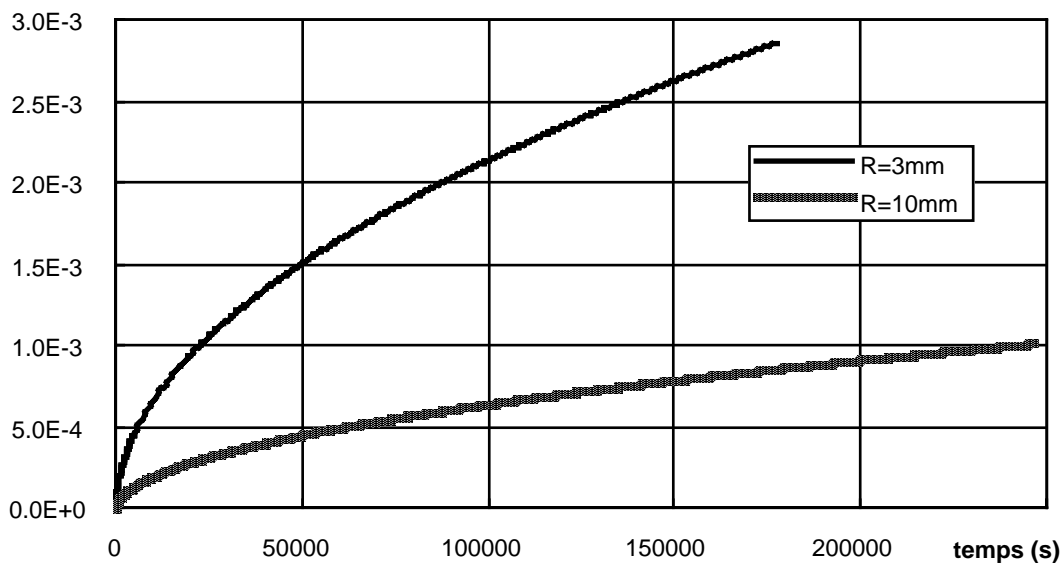
La croissance de la couche d'oxyde peut être décrite en utilisant le formalisme de Manning par  $h^2 - h_0^2 = kt$ . La valeur de  $k$  à 1100°C est connue dans le cas d'une oxydation statique sur un échantillon plan (expression I.9). Avec les notations du modèle on obtient:

$$h \frac{dh}{dt} = k \cdot dt \quad \text{V.38}$$

Dans le cas d'une interface courbe de rayon  $R$ , les expressions V.38 et V.31 impliquent une déformation totale donnée par l'expression suivante:

$$\epsilon'_{g,n,\theta\theta} = -\frac{M}{R} \frac{k}{h} dt \quad \text{V.39}$$

Les indices  $\theta\theta$  sont indispensables ici et ne peuvent se substituer à des indices 22 relatifs à une déformation tangentielle puisque la déformation ortho-radiale résulte de la déformation radiale avec un substrat courbe. La figure V.48 montre la représentation graphique des déformations ortho-radiales ayant pour origine l'expansion normale de la couche d'oxyde, calculées par l'expression V.39. Celle-ci atteignent péniblement 3.10-3% après 55 heures (200000 s) d'oxydation. Les contraintes qui en résultent sont tout à fait négligeables.



**Figure V.48:** évolution de la contrainte ortho-radiale dans la couche d'alumine en fonction du temps, paramétrée par le rayon de courbure du substrat.

#### V.3.2.3.2. Expression des contraintes ayant pour origine l'expansion tangentielle

Il a été montré au paragraphe V.3.2.2.5 que la dimension tangentielle de matière affectée par l'oxydation est de 7,15 $\mu\text{m}$  et que cette dimension atteint 7,84 $\mu\text{m}$  après 64h d'oxydation. La déformation qui en résulte est de 9,65%.

Ce résultat peut sembler énorme mais les conditions dans lesquelles il est obtenu modèrent cette première impression. Comparons pour cela les conditions de génération des contraintes thermiques et des contraintes de croissance.

Les contraintes thermiques sont générées lorsque la température diminue et les propriétés mécaniques des couches évoluent. Leur relaxation par le fluage de la sous-couche devient de plus en plus difficile au fur et à mesure que la température diminue. L'épaisseur d'oxyde qui intervient dans l'expression des contraintes thermiques radiales, en présence d'un rayon de courbure, est constante puisqu'elle a été formée avant le refroidissement.

En revanche, les contraintes de croissance sont générées pendant que le système se trouve à 1100°C et l'épaisseur d'oxyde évolutive. La capacité de relaxation des contraintes est maximale pendant toute la croissance de la couche.

La méthode de calcul des contraintes tangentielles ayant pour origine l'expansion tangentielle de l'oxyde est à peu de choses près identique à la méthode élaborée pour le calcul des contraintes d'origine thermique.

La déformation de la couche d'oxyde  $d\epsilon_{g,t,22}$  induit des contraintes dans l'oxyde et la sous-couche NiAl données par les expressions suivantes:

$$d\sigma_{g,t,22,ox} = \frac{E_{ox}}{1 - \nu_{ox}} d\epsilon_{g,t,22} \quad V.40$$

$$d\sigma_{g,t,22,NiAl} = \frac{E_{NiAl}}{1 - \nu_{NiAl}} \left[ d\epsilon_{g,t,22} + \left( \frac{\sigma_{g,t,22,NiAl}}{2K} \right)^n dt \right] \quad V.41$$

où K et n sont les paramètres de la loi de fluage d'Odqvist pour NiAl (généralisation de l'expression I.7 , voir aussi l'annexe 8).

La contrainte différentielle  $\sigma_{g,t,22,ox} - \sigma_{g,t,22,NiAl}$  est en partie relaxée par la viscoplasticité de la sous-couche si bien que la contrainte dans l'oxyde est donnée finalement par:

$$d\sigma_{g,t,22,ox} = \frac{E_{ox}}{1 - \nu_{ox}} \left( \frac{\sigma_{g,t,22,ox} - \sigma_{g,t,22,NiAl}}{2K} \right)^n dt \quad V.42$$

La difficulté rencontrée pour le calcul des contraintes de croissance de ce système est que la valeur de la déformation tangentielle n'est connue que pour une durée d'oxydation statique (64h). Une hypothèse raisonnable consiste alors à supposer que la déformation tangentielle est proportionnelle à l'épaisseur d'alumine formée. C'est à dire:

$$\epsilon_{22}(t) = \lambda e_{ox}(t) \quad V.43$$

Et  $\lambda$  est identifié en sachant que  $\epsilon_{22}(64h) = 9,65\%$ .

Les contraintes tangentielles dans la couche d'alumine et la sous-couche sont représentées sur la figure V.49.

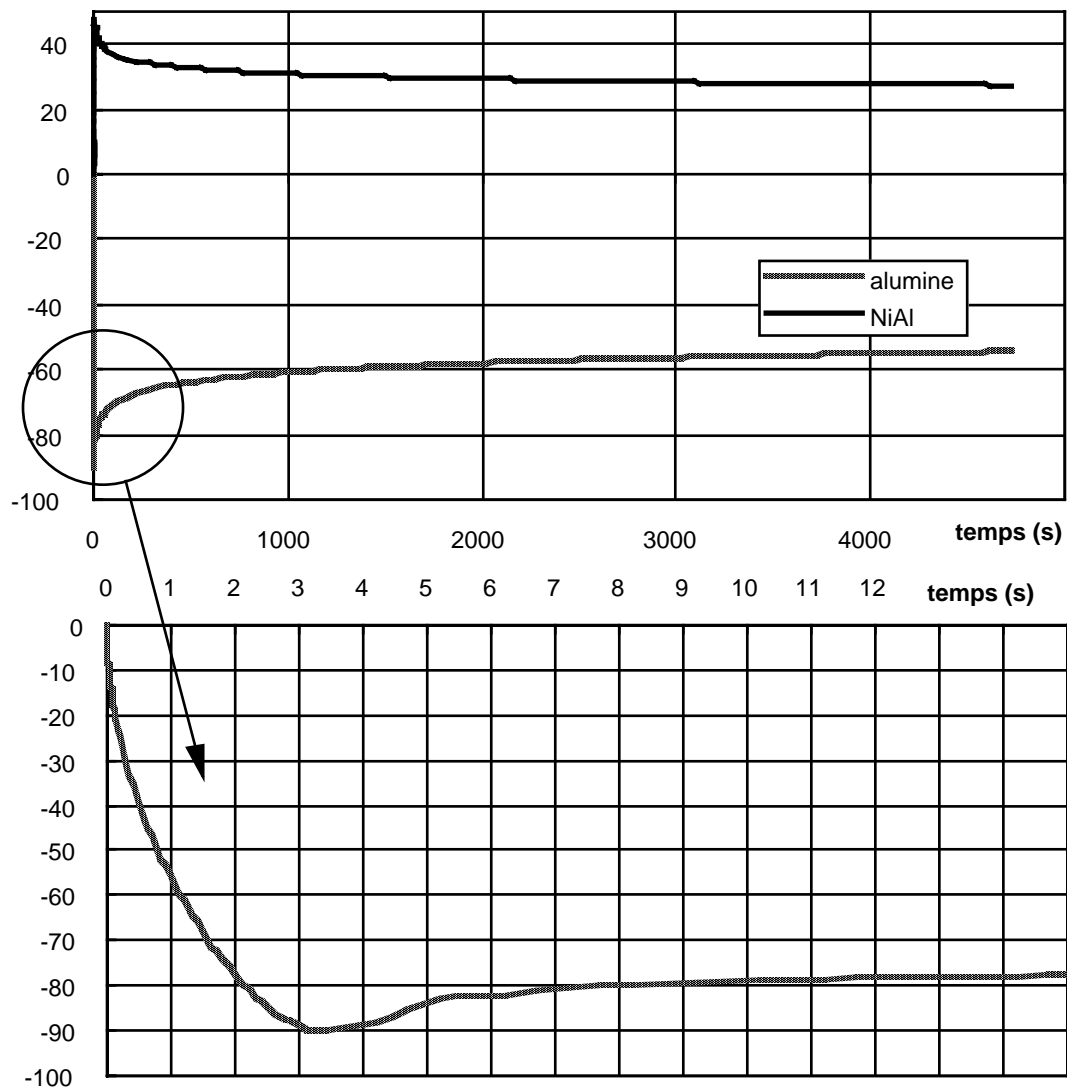
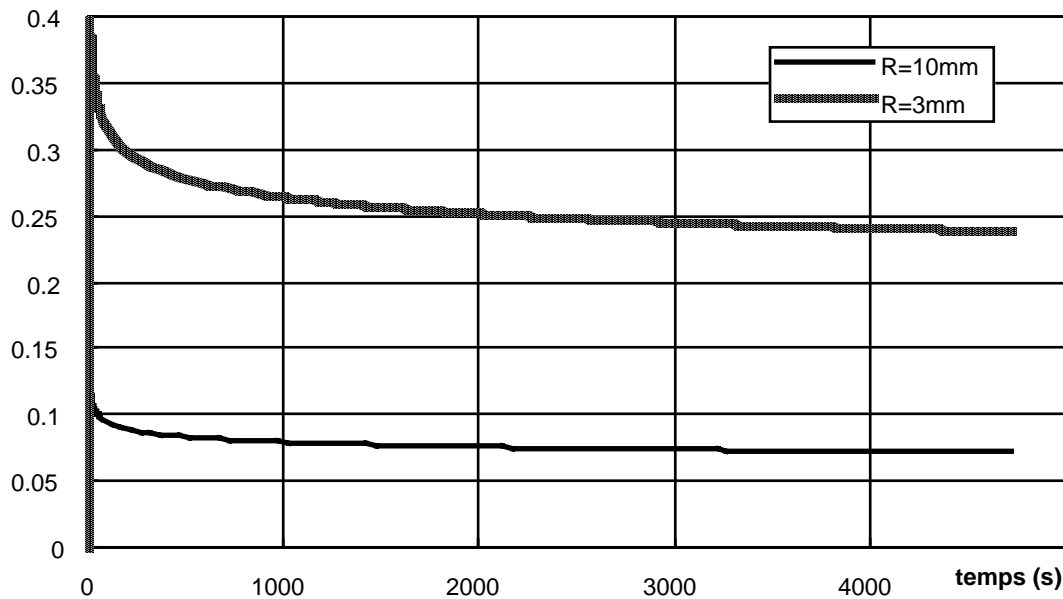


Figure V.49: contraintes tangentielles ayant pour origine l'expansion tangentielle de l'oxyde dans l'alumine et la sous-couche.

Les contraintes dans la couche de zircone ne sont volontairement pas calculées. En effet, les hypothèses de calcul choisies pour déterminer les contraintes d'origine thermique supposent que le substrat impose sa déformation au reste du système. Cette hypothèse se justifie étant donnée l'épaisseur importante de substrat par rapport aux épaisseurs des autres couches.

A présent, en s'intéressant à l'effet de la croissance de l'alumine, les contraintes sont calculées à partir de la déformation de l'alumine qui y génère des contraintes. Nous avons également supposé que des contraintes étaient générées dans la sous-couche afin de tenir compte du rôle de sa viscoplasticité dans la relaxation des contraintes de l'alumine. Cependant, il serait tout à fait erroné de penser que l'alumine impose sa déformation à la zircone et au substrat. La zircone ne doit probablement être affectée que sur une très faible épaisseur et le substrat n'est probablement pas affecté du tout.

Ainsi, les contraintes normales à l'interface alumine sous-couche, dues à un rayon de courbure du substrat, résultent uniquement des contraintes différentielles entre l'alumine et la sous-couche. Comme le montre la figure V.50, elles sont extrêmement faibles.



**Figure V.50:** contrainte normale interfaciale ayant pour origine l'expansion tangentielle de la couche d'alumine, paramétrée par le rayon de courbure de l'éprouvette.

## **V.4 Influence de la contrainte sur la cinétique de croissance de l'alumine.**

### **V.4.1. Généralités**

L'existence d'une contrainte locale pendant la croissance de la couche d'alumine peut avoir une influence sur la cinétique d'oxydation par le biais d'un effet thermodynamique ou d'un effet mécanique.

#### **V.4.1.1. Mécanisme thermodynamique**

Evans, Norfolk et Swan (1978) ont établi l'expression d'un taux de croissance d'une couche d'oxyde de zirconium sur un alliage de Zircaloy 2. La composante hydrostatique de la contrainte locale à l'interface étant notée  $\sigma_h$  et le changement de volume dû à l'oxydation étant noté  $\Delta\Omega$ , le travail induit par l'oxydation sera reçu ou perdu selon que le changement de volume est négatif ou positif.

Dans le cas de la formation de l'alumine par oxydation de la sous-couche, le changement de volume est positif. Le travail à fournir pour insérer de l'oxyde frais en un point de l'interface est donc proportionnel à  $\sigma_h \Delta\Omega$  qui est la variation d'enthalpie libre de formation de lacunes pour autoriser un

mécanisme de diffusion anionique par échange lacunaire décrit par la figure V.37 du paragraphe V.3.1.1.2.

L'expression du flux de lacunes qui traverse l'oxyde contraint mène au taux de croissance de l'oxyde modifié par la contrainte.

$$\dot{X}_{ox} = \frac{D_0^{\epsilon q}}{e_{ox}} \exp\left(\frac{\sigma_h \Delta \Omega}{kT}\right) \quad V.44$$

où  $D_0^{\epsilon q}$  est le coefficient de diffusion de l'oxygène à travers l'oxyde à sa tension de vapeur saturante.

La forme parabolique classique  $e_{ox} d(e_{ox}) = \alpha dt$  est bien obtenue lorsque  $\sigma_h$  est nulle. De plus, l'expression V.44 indique un ralentissement de la cinétique d'oxydation lorsque le terme  $\sigma_h \Delta \Omega$  est négatif et une accélération dans le cas contraire.

#### V.4.1.2. Mécanisme mécanique

Le couplage oxydation-déformation peut se manifester par une accélération de la cinétique de diffusion des espèces chimiques ou par des phénomènes de réinitialisation de la cinétique par des ruptures successives de la couche d'alumine en cours de formation.

L'influence de la déformation mécanique sur la croissance de couches d'oxyde a été étudié sur des aciers et des superalliages en fluage ou en fatigue par Ward, Hockenhull et Hancock (1974), par Hancock et Nicholls (1988). Ces auteurs constatent que si la cinétique d'oxydation est parabolique à faible déformation, comme en oxydation statique, elle devient linéaire à forte déformation. Cette linéarité n'est qu'apparente et est explicitée par la figure V.51. Elle résulte d'une rupture successive de la couche d'oxyde lorsque la déformation dépasse une valeur critique en chargement monotone ou, comme le montrent Réger et Rémy (1988) en fatigue, lorsque le nombre de cycles dépasse une valeur critique. Après la rupture de la couche d'oxyde, l'oxygène peut à nouveau accéder directement au métal de base si bien que la cinétique d'oxydation est réinitialisée sur une nouvelle origine des temps.

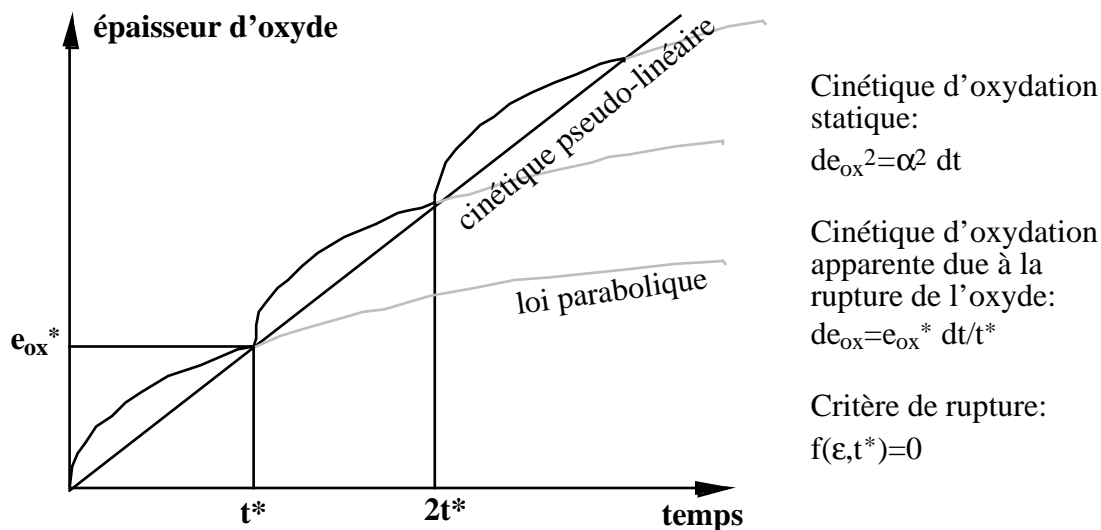


Figure V.51: mécanisme de rupture successive de la couche d'oxyde conduisant à une apparente cinétique d'oxydation pseudo-linéaire.

## V.4.2. Analyse des épaisseurs d'alumine de la barrière thermique

### V.4.2.1 Recherche des paramètres influant la cinétique d'oxydation

Toutes les épaisseurs d'alumine mesurées dans cette étude sont reportées en figure IV.52 (i) en fonction du temps passé à 1100°C. Sur cette figure apparaissent de nombreux symboles évidés qui signifient que la barrière thermique était délaminée voire écaillée. La justesse de ces valeurs est très discutable. D'une part, si le délaminage a eu lieu pendant l'essai mécanique, il est possible que la poursuite de la sollicitation ait provoqué une perte d'oxyde. D'autre part, la préparation des échantillons peut également arracher de petits amas d'oxyde si celui-ci est délaminé.

Sur la figure IV.52 (ii), nous avons donc repris uniquement les mesures effectuées avec des interfaces intègres. Il est intéressant de noter que le délaminage affecte les éprouvettes au-delà de 100 000s (27 h) quel que soit le type d'essai.

Considérons tout d'abord le cas des éprouvettes AG2C. Les mesures effectuées au centre de l'éprouvette de rayon transverse 3mm sont supérieures aux épaisseurs des échantillons plans. A 54000s (15h), la mesure effectuée dans la zone de rayon de courbure transverse égal à 10mm est comprise entre l'épaisseur pour  $R=3\text{mm}$  et  $R=\infty$ . D'autre part, toujours à 54000s, la mesure effectuée sur l'éprouvette AG2C dans la zone de 3mm de rayon est supérieure à la mesure du cylindre de 3mm de rayon. Ces deux géométries ne diffèrent que par l'existence du rayon de courbure concave de 22mm de l'éprouvette AG2C.

Le rayon de courbure convexe (transverse pour l'éprouvette AG2C) active donc la cinétique d'oxydation. La raison est donnée par le calcul des contraintes de croissance où l'on a vu en effet que l'interface oxyde/sous-couche subit une contrainte radiale qui tend à décoller l'oxyde de la sous-couche. Cette dépression est favorable à l'activation de la cinétique, d'après l'expression V.44.



Le rayon de courbure concave (génératrice de l'éprouvette AG2C) est également favorable à l'activation de la cinétique de croissance de l'oxyde. Ceci est surprenant car il serait immédiat de penser qu'un rayon concave à l'effet inverse d'un rayon convexe et freine donc la cinétique. C'est probablement vrai si l'on raisonne par les contraintes de croissance mais le rayon concave induit un effet tout à fait spécifique à la barrière thermique qui ne l'oublions pas possède une couche de céramique à microstructure colonnaire. Nous avons établi au paragraphe V.3.1.2.3. l'influence de la couche de céramique sur les contraintes de croissance et montré que cette couche n'influe pas sur un substrat convexe alors qu'elle génère une contrainte radiale qui tend à décoller la céramique de l'oxyde sur un substrat concave. Cette contrainte est de premier ordre à 1100°C et devient de second ordre, tout comme les contraintes de croissance devant l'amplitude des contraintes thermiques à basse température.

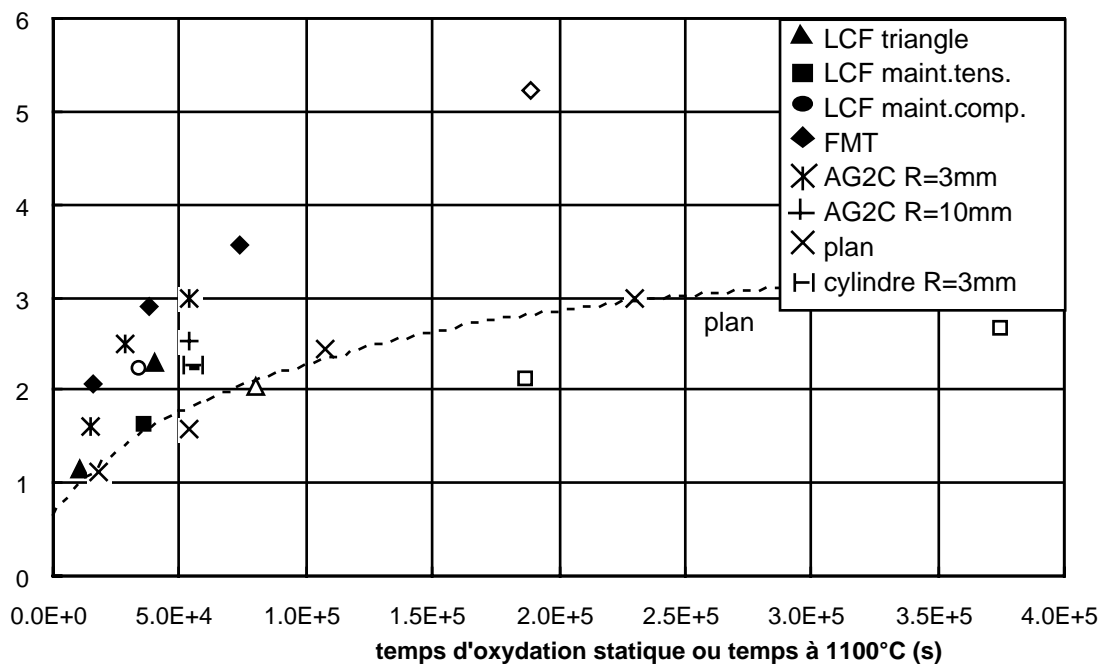
Examinons à présent les épaisseurs d'oxyde obtenues en fatigue oligocyclique isotherme. Seules trois mesures peuvent être considérées comme valables, dont deux obtenues par une sollicitation triangle et une par un cycle 'maint.tens'. Nous allons considérer que les mesures obtenues en fatigue isotherme sur une éprouvette de partie utile cylindrique de rayon 3mm sont cohérentes avec la mesure effectuée sur le cylindre de rayon 3mm en oxydation statique. Il n'y aurait donc pas d'influence de la sollicitation mécanique à 1100°C sur la cinétique d'oxydation.

La plupart des auteurs qui ont observé une activation de la cinétique d'oxydation par la contrainte ont montré que cela était dû à des ruptures successives de la couche d'oxyde (paragraphe V.4.1.2).

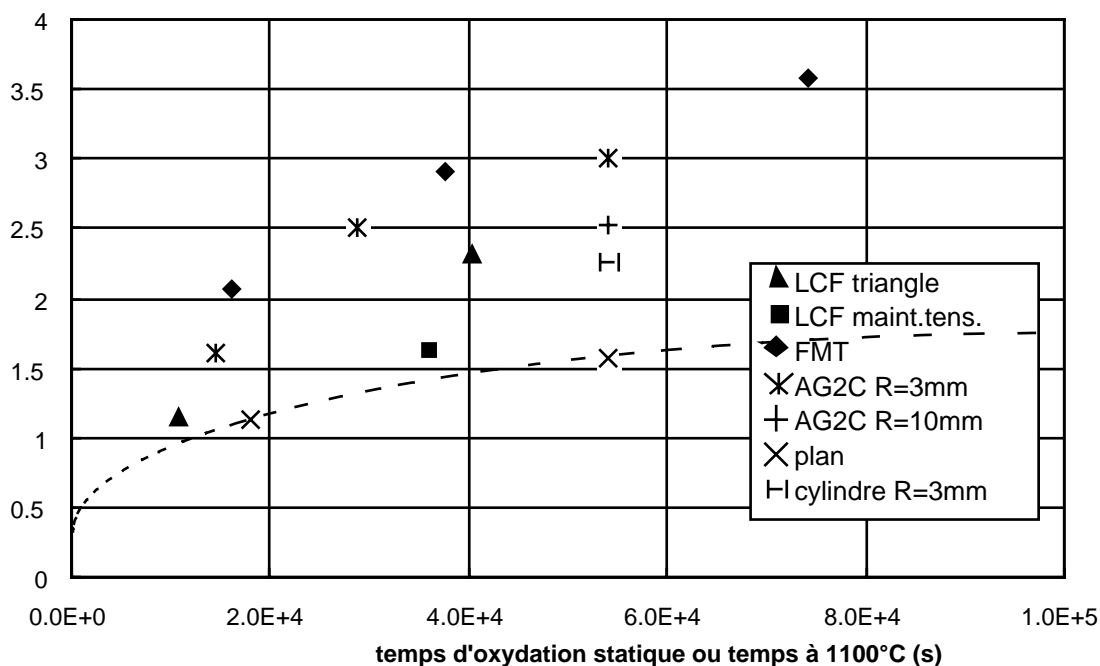
Le mécanisme de ruptures successives de la couche d'oxyde, s'il existe, n'est pas prépondérant devant les effets de géométrie des éprouvettes. C'est la raison pour laquelle nous n'observons pas de changement de cinétique entre un cylindre fatigué et un cylindre de même rayon en oxydation statique.

La comparaison des valeurs des contraintes d'origine mécanique dans les couches au cours d'un cycle de fatigue isotherme, calcul réalisé au paragraphe V.2.6.5 et des valeurs des contraintes de croissance, calcul réalisé au paragraphe V.3.2.3, fournit un élément de réponse. Elle montre que les contraintes de croissance dans les directions tangentielles et longitudinales, et par conséquent, dans la direction radiale par l'effet du rayon de courbure, sont supérieures aux contraintes d'origine mécanique qui de surcroît, changent de signe périodiquement. Il se peut donc qu'il y ait des moments dans le cycle où la contrainte d'origine mécanique active la cinétique (en tension) mais que l'inversion des contraintes lors du passage en compression ralentisse la cinétique et annule l'effet précédent. En moyenne, sur l'échelle d'un cycle, la contrainte d'origine mécanique n'a pas d'effet et la contrainte de croissance gouverne la cinétique.

D'autre part, le graphique V.25 montre que les contraintes d'origine mécanique sont presque totalement relaxées lors du maintien en tension de 300s dans le cycle de fatigue isotherme si bien que cette forme de cycle n'active pas non plus la cinétique d'oxydation.



**Figure V.52 (i):** variation de l'épaisseur d'alumine moyenne mesurée avec le temps passé à 1100°C. (Symbole plein: pas de délaminage, symbole évidé: délaminage ou écaillage).



**Figure V.52 (ii):** variation de l'épaisseur d'alumine moyenne mesurée avec le temps passé à 1100°C sur les échantillons non délaminés.

Il subsiste encore le cas de la fatigue mécano-thermique dont les éprouvettes présentent une épaisseur d'oxyde accrue alors que le rayon de leur partie utile cylindrique n'est que de 5,5mm. Ce cas doit donc être traité en particulier car le rayon de courbure convexe ne peut expliquer à lui seul les phénomènes observés. Mais dans ce cas, la très forte contrainte longitudinale générée dans l'oxyde en tension à 100°C, qui se mêle à une forte composante de compression orthoradiale, induisant un cisaillement, peuvent activer de nouveaux mécanismes d'endommagement inhérent au cycle anisotherme appliqué.

En fait, il faut se souvenir que la morphologie de la couche d'alumine d'une part et la position des défauts en son sein d'autre part diffèrent totalement de tous les autres cas isothermes. De nombreuses cavités ont été observées incluses dans la couche ou localisées très près de la zircone, si bien que le plan de délaminage cohésif est presque situé à l'interface zircone/alumine. De ce fait, la densité de l'alumine est probablement différente en fatigue mécano-thermique.

D'autre part, l'alumine formée pendant les transitoires peut apparaître sous d'autres variétés allotropiques métastables et leur transformation en phase  $\alpha$  stable s'accompagne d'une diminution de volume qui accroît donc de manière apparente la cinétique d'oxydation basée sur une germination homogène de phase  $\alpha$ .

La thermochimie de la formation de l'alumine en fatigue mécano-thermique est donc extrêmement complexe et l'effet de la géométrie de l'éprouvette s'y ajoute pour obtenir des épaisseurs d'alumine très importantes.

L'activation de la cinétique d'oxydation en fatigue mécano-thermique sera discutée plus avant au paragraphe V.7 lorsque nous aurons davantage progressé dans la compréhension des mécanismes qui interviennent en conditions isothermes.

Il est important de noter que l'épaisseur d'alumine n'est pas un paramètre permettant de donner un critère de délaminage de la barrière thermique car les éprouvettes de fatigue mécano-thermique ont présenté le délaminage le plus tardif (en temps passé à 1100°C) pour des épaisseurs d'alumine les plus importantes.

Par contre, nous verrons que l'épaisseur d'alumine peut être corrélée à la présence de cavités, ce qui semble être un dommage essentiel dans la ruine de la barrière thermique.

#### V.4.2.2 Expression de l'épaisseur d'oxyde en fonction des paramètres influant.

Le paragraphe précédent a montré que l'activation de la cinétique d'oxydation est principalement due à un effet thermochimique sous l'effet de la géométrie des éprouvettes. On supposera donc que la loi d'oxydation d'une interface de courbure convexe  $R_{\text{conv}}$  et de courbure concave  $R_{\text{conc}}$  se déduit de la loi d'oxydation des échantillons plans par une homothétie de rapport  $\exp\left(\frac{\sigma_h \Delta \Omega}{kT}\right)$  (expression V.44) et dont le centre est l'origine des épaisseurs d'oxyde à  $t=0$ , c'est à dire  $0,3\mu\text{m}$ .

La figure V.53 montre les intervalles tolérables pour la valeur  $\left(\frac{\sigma_h \Delta \Omega}{kT}\right)$ . Les valeurs minimales et maximales sont reportées dans le tableau V.2.

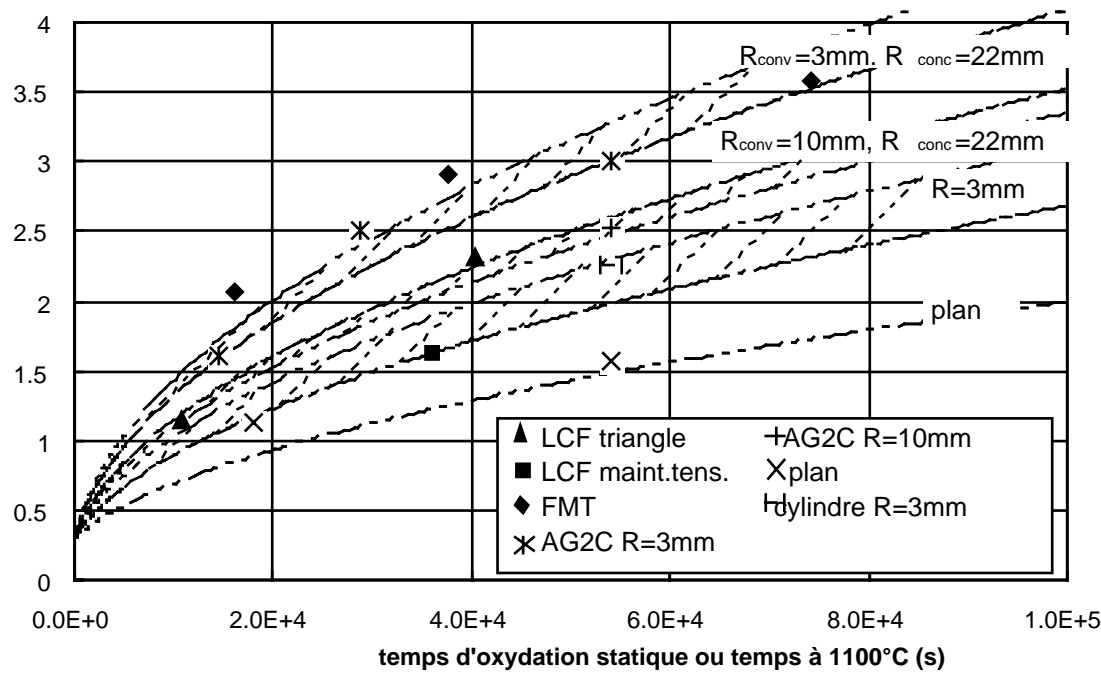


Figure V.53: ajustement de l'expression V.44.

	cylindre	AG2C 3mm	AG2C 10mm
$\left(\frac{\sigma_h \Delta \Omega}{kT}\right)$ minimum	0,6	1,45	1,05
$\left(\frac{\sigma_h \Delta \Omega}{kT}\right)$ maximum	0,9	1,62	1,15

Tableau V.2: valeurs extrêmes ajustées

Afin de déterminer une expression de l'épaisseur d'oxyde qui ne dépende que des paramètres influants, nous proposons un modèle simple et totalement phénoménologique pour estimer l'influence du rayon de courbure concave.

On suppose que la croissance de la zircone sur une surface concave est équivalente à une croissance sur une surface cylindrique qui sera soumise par la suite à une contrainte radiale circonférentielle uniformément répartie sur la surface du cylindre. Il en résulte un rétrécissement du diamètre du cylindre dont la valeur la plus faible se trouve au niveau de son plan de symétrie transverse.

Considérons une coque cylindrique de zircone de longueur  $l$ , d'épaisseur  $e_{ZPS}$  et de rayon  $a$ . Pour que cette coque adhère à la génératrice de l'éprouvette AG2C, il est nécessaire de lui appliquer une contrainte radiale  $p$  uniforme sur toute sa longueur. La géométrie obtenue est représentée par la figure V.54 qui s'appuie sur le dessin de définition de l'éprouvette AG2C.

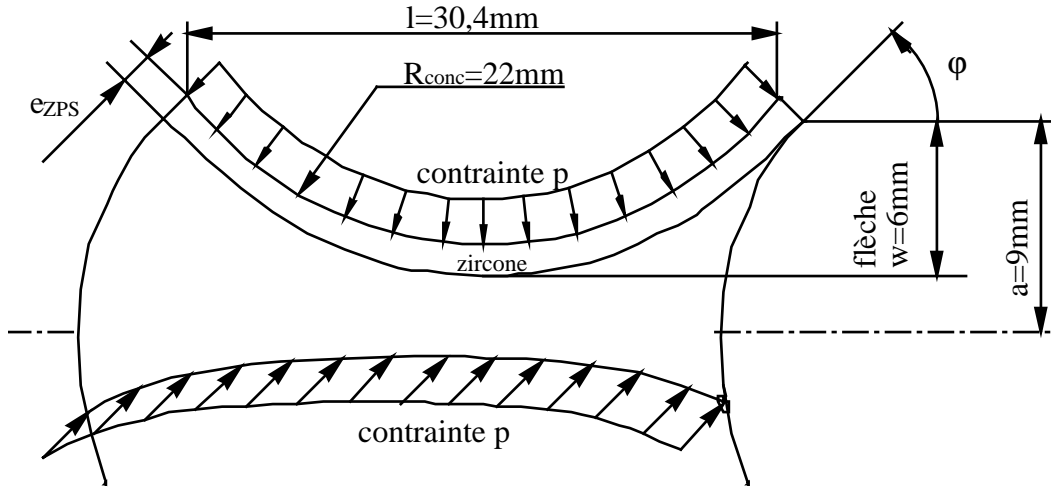


Figure V.54: flexion de la zircone sur la génératrice de l'éprouvette AG2C.

La théorie des coques de Timoshenko, Woinowski-Krieger (1951) permet de calculer la flèche au milieu de la coque en appui libre (non encastree) à ses deux extrémités et soumise à une contrainte radiale uniforme. Ces expressions sont valables en petites déformations ce qui n'est pas notre cas mais nous les utilisons pour évaluer l'influence du rayon de courbure inverse.

$$w = \frac{p\ell^4}{64D\alpha^4} \left( 1 - \frac{2\cos\alpha \cosh\alpha}{\cos 2\alpha + \cosh 2\alpha} \right) \quad \text{V.45}$$

$$D = \frac{E_{ZPS} h^3}{12(1 - \nu^3)} \quad \text{V.46}$$

$$\alpha = \frac{3(1 - \nu^3)\ell}{2a^2 h^2} \quad \text{V.47}$$

où  $p$  est la contrainte uniformément appliquée sur la coque;

$\ell$  est la longueur de la coque;

$E_{ZPS}$  est le module d'élasticité de la zircone;

$h$  est l'épaisseur de la coque;

$a$  est le rayon de la coque en ses extrémités.

$D$  est le moment d'inertie de la coque cylindrique dans la direction radiale.

La contrainte à appliquer à la poutre pour qu'elle épouse la génératrice de l'éprouvette AG2C a la forme donnée par l'expression V.48.

$$p = \frac{wE_{ZPS}h}{a^2} \left( 1 - \frac{2\cos\alpha \cosh\alpha}{\cos 2\alpha + \cosh 2\alpha} \right)^{-1} \quad \text{V.48}$$

Dans notre cas,  $\alpha = 20,89$ , la valeur de  $\left( 1 - \frac{2\cos\alpha \cosh\alpha}{\cos 2\alpha + \cosh 2\alpha} \right)^{-1}$  est donc presque égale à 1. En prenant approximativement  $E_{ZPS}=100\text{GPa}$  et  $h=100\mu\text{m}$ ,

il en résulte une pression  $p=740\text{MPa}$ .

Cette contrainte est probablement surestimée car des mécanismes d'accommodation peuvent intervenir. Cependant, ce calcul montre qu'il existe probablement une contrainte radiale qui provoque une dépression sur la couche d'alumine et donc sur l'interface. Cette contrainte, présente à 1100°C est largement dominante devant les contraintes de croissance.

Le dépendance du terme  $\left(\frac{\sigma_h \Delta \Omega}{kT}\right)$  avec les rayons de courbures convexes et concaves peut à présent être quantifiée. Nous avons déjà vu que la contrainte normale induite par le rayon de courbure convexe varie en  $\frac{1}{R_{\text{conv}}}$ .

D'après le schéma de la figure V.54 et quelques relations de trigonométrie, la flèche au milieu de l'éprouvette se déduit du rayon de courbure concave en résolvant une équation du second degré:

$$w = R - \sqrt{R^2 - \frac{\ell^2}{4}} \quad \text{V.49}$$

La contrainte radiale qui déforme la coque cylindrique de telle sorte qu'elle épouse la surface de la géométrie AG2C étant proportionnelle à la flèche  $w$ , on peut identifier deux paramètres  $a_1$  et  $a_2$  tels que le terme défini par l'expression V.50 soit compris entre les valeurs extrêmes données par le tableau V.2.

$$\left(\frac{\sigma_h \Delta \Omega}{kT}\right) = a_1 \left[ R_{\text{conc}} - \sqrt{R_{\text{conc}}^2 - \frac{\ell^2}{4}} \right] + \frac{a_2}{R_{\text{conv}}} \quad \text{V.50}$$

D'où l'expression finale de l'épaisseur d'oxyde valable dans toutes les conditions d'oxydation isotherme de l'étude:

$$e_{\text{ox}}^2 = e_0^2 + A \exp \left( \frac{-Q}{RT} + a_1 \left[ R_{\text{conc}} - \sqrt{R_{\text{conc}}^2 - \frac{\ell^2}{4}} \right] + \frac{a_2}{R_{\text{conv}}} \right) t \quad \text{V.51}$$

où  $e_0$  est l'épaisseur d'oxyde initiale;

$A$ ,  $Q$  et  $R$  sont définis au chap.I pour l'oxydation statique d'échantillons plans;

$R_{\text{conv}}$  est le rayon de courbure convexe de l'éprouvette;

$R_{\text{conc}}$  est le rayon de courbure concave de l'éprouvette;

$a_1 = 1,8 \text{ mm}^{-1}$ ;

$a_2 = 0,148 \text{ mm}$ ;

$t$  est le temps (s).

Enfin la figure V.55 compare les mesures expérimentales aux lois calculées avec les paramètres  $a_1 = 0,148 \text{ mm}$  et  $a_2 = 1,8 \text{ mm}^{-1}$ .

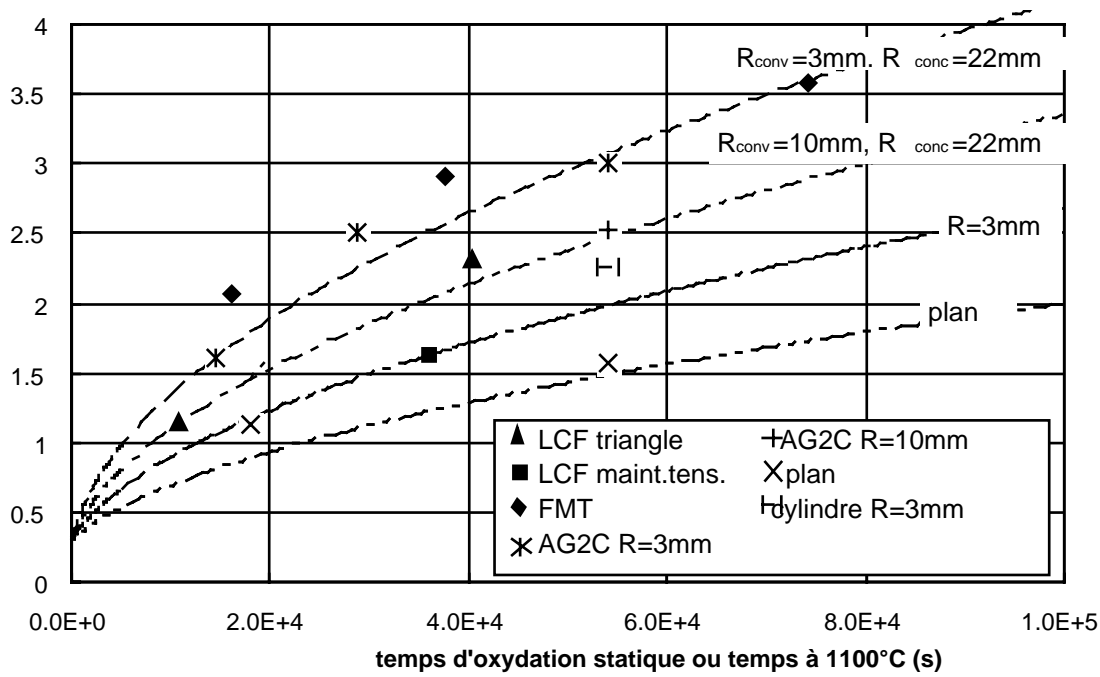


Figure V.55: lois d'oxydation calculées.

La contrainte hydrostatique subie par la couche d'alumine en raison des deux rayons de courbure est donc donnée par l'expression V.50 et l'on a:

$$\sigma_h = \frac{kT}{\Delta\Omega} \left[ a_1 \left( R_{\text{conc}} - \sqrt{R_{\text{conc}}^2 - \frac{\ell^2}{4}} \right) + \frac{a_2}{R_{\text{conv}}} \right] \quad \text{V.52}$$

où  $k$  est la constante de Boltzman ( $k=1,38 \cdot 10^{-28}$  J/K);

$T$  est la température;

$\Delta\Omega$  est le volume atomique de l'alumine ( $\Delta\Omega=4,25 \cdot 10^{-29}$  m<sup>3</sup>, Ashby, Frost, 1962)

La représentation graphique de  $\sigma_h$  en fonction du rayon de courbure convexe de l'éprouvette AG2C est donnée en figure V.56 à la température de 1100°C. Les valeurs sont très faibles mais il ne faut pas oublier que  $\sigma_h$  est une composante hydrostatique d'un tenseur qui intègre plusieurs paramètres:

- l'effet du rayon de courbure convexe qui induit des contraintes normales ayant pour origine la croissance de l'oxyde;

- l'effet du rayon de courbure convexe qui induit des contraintes normales ayant pour origine la flexion de la zircone;

$\sigma_h$  est donc la composante hydrostatique d'un tenseur ayant pour origine la morphologie du substrat. On le nommera 'tenseur des contraintes d'origine morphologiques' et le notera  $\underline{\sigma}_{\text{morph}}$ . On a:

$$\sigma_h = \frac{\sigma_{\text{morph},rr} + \sigma_{\text{morph},\theta\theta} + \sigma_{\text{morph},zz}}{3} \quad \text{V.53}$$

Et d'autre part:

$$\begin{cases} \sigma_{\text{morph},rr} = \sigma_{g,rr} + \sigma_{\text{concave},rr} \\ \sigma_{\text{morph},\theta\theta} = \sigma_{g,\theta\theta} \\ \sigma_{\text{morph},zz} = \sigma_{g,zz} + \sigma_{\text{concave},zz} \end{cases} \quad \text{V.54}$$

où l'indice 'g' représente les contraintes ayant pour origine la croissance de la couche d'alumine et l'indice 'concave' représente les contraintes ayant pour origine la convexité du substrat.

La composante ortho-radiale n'est pas affectée par la convexité du substrat étant donné l'axisymétrie du problème.

Enfin d'après les expressions V.53 et V.54 et puisque  $\sigma_h$  et  $\sigma_{g,rr}$  sont négligeable devant  $\sigma_{g,\theta\theta}$  on obtient la relation qui lie approximativement les composantes longitudinales et radiales des contraintes de convexité:

$$\sigma_{\text{concave},rr} = 2 \sigma_{g,\theta\theta} - \sigma_{\text{concave},\theta\theta} \quad \text{V.55}$$

Il faut remarquer que  $\sigma_{g,\theta\theta}$  est négative de l'ordre de -50MPa et que  $\sigma_{\text{concave},\theta\theta}$  est positive puisque la coque de zircone est en tension longitudinale du côté de la sous-couche.

Nous supposons l'additivité des contraintes ayant pour origine l'évolution morphologique de la couche d'alumine avec les contraintes d'origines thermique et mécanique calculées de manière couplée malgré la non-linéarité du comportement.

$$\sigma_{\text{tot},ii} = \sigma_{\text{th+méca},ii} + \sigma_{\text{morph},ii} \quad \text{V.56}$$

où les indices 'th+méca' et 'g' représentent respectivement les contraintes d'origine thermique et mécanique couplées et les contraintes ayant pour origine la croissance de la couche d'alumine.

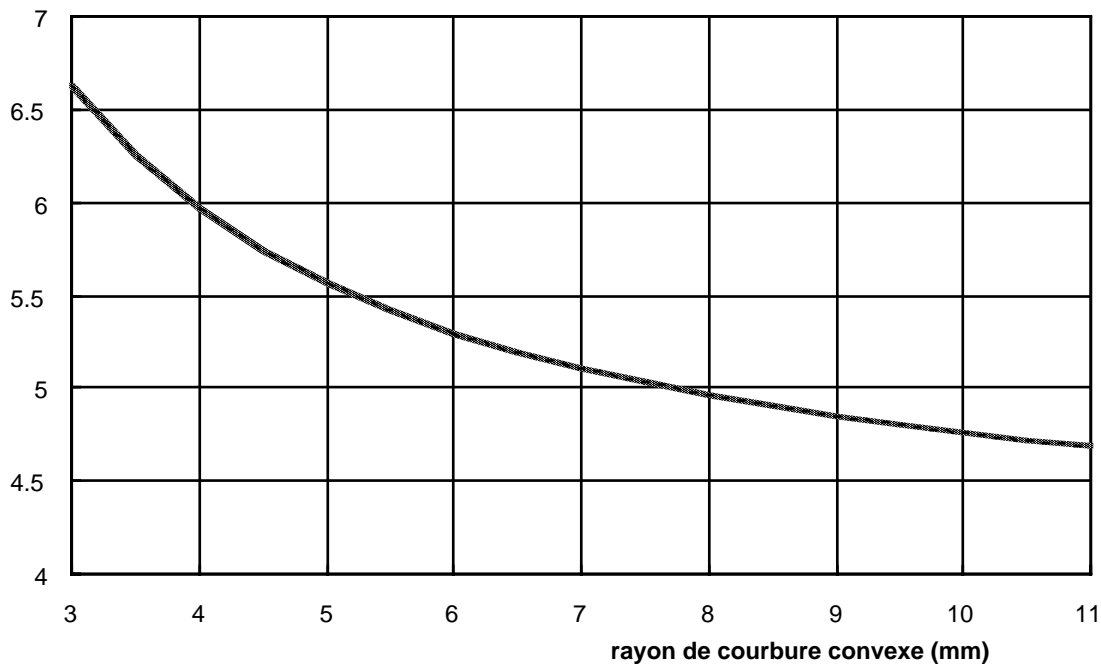


Figure V.56: amplitude de l'accroissement des contraintes normales dû à la courbure du substrat.



## **V.5. Les cavités interfaciales**

### **V.5.1. Origines physiques de la germination et de la croissance des cavités.**

Quelques modèles ont été proposés par Smialek, Gibala (1983) et par Kofstad (1985) pour expliquer la germination des cavités incluses. Ils reposent respectivement sur la théorie de coalescence des lacunes et sur l'effet des contraintes de croissance associé à la déformation plastique de l'oxyde. Toutefois la taille des cavités prévue par ces modèles ne dépasse jamais la dizaine de nanomètres. D'autres mécanismes doivent donc être invoqués pour expliquer la présence des cavités obtenues sur le système de l'étude en oxydation statique sur échantillon plan (Figure I.13) et à plus forte raison pour expliquer les cavités qui ont été observées dans les chapitres III et IV.

Pint (1997) explique la présence de cavités incluses dont la taille est supérieure à un micromètre par un mécanisme de croissance et d'évolution des cavités interfaciales. Supposons qu'une cavité ait germé à l'interface alumine/sous-couche par un mécanisme décrit précédemment (Figure V.57.i).

Ainsi, si la taille de la cavité est telle qu'elle ne puisse plus être englobée par l'oxydation de la sous-couche pour devenir une cavité incluse, la cavité va croître à l'interface et peut également se réoxyder du côté de l'alumine en des sites particuliers à cause de l'évaporation des atomes d'aluminium dans les cavités. Pint, Martin et Hobbs, (1993) et Quadackers, Holzbrecher, Briefs et Besk (1989) montrent que la diffusion de l'aluminium et de l'oxygène dans la couche

d'alumine a lieu préférentiellement dans les joints de grains. Le nouvel oxyde se forme donc au droit des joints de grains de l'alumine lorsque l'oxygène se combine avec les ions aluminium dissous dans la cavité et la cavité s'élargit entre les joints de grains (Figure V.57.ii).

Tandis que les cavités continuent à croître latéralement le long de l'interface, les excroissances de la cavité entre les joints de grains croissent également, creusant des vallées larges et profondes. Lorsque la profondeur devient grande, la vallée a tendance à se refermer pour minimiser l'énergie de surface de la cavité (Figure V.57.iii). Cela laisse des cavités sphériques au milieu des grains d'alumine (Figure V.57.iv).

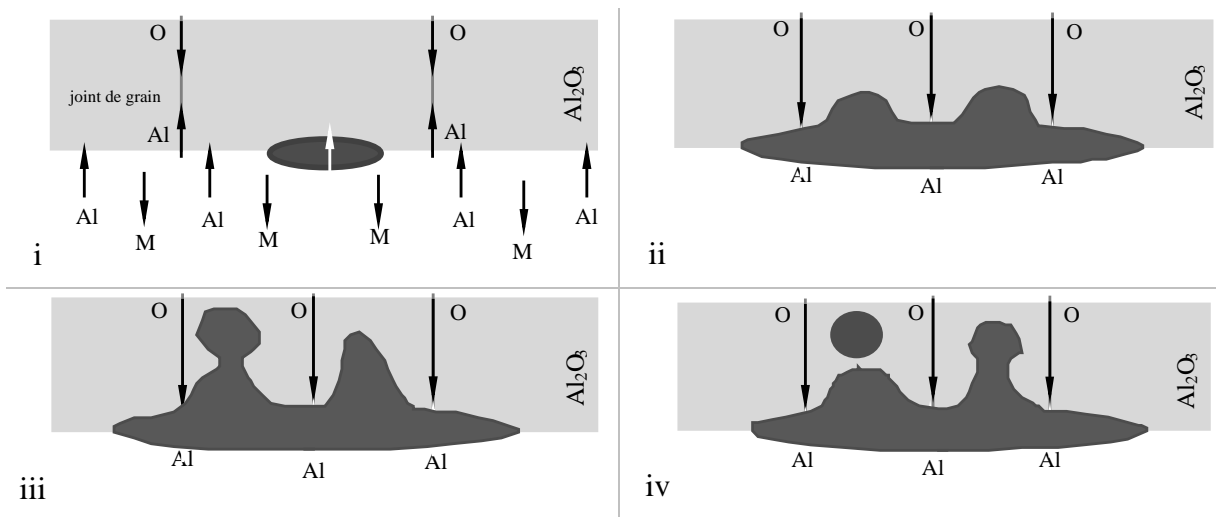


Figure V.57. i à iv: évolution des cavités interfaciales.

### V.5.2. Modélisation de la germination et de la croissance des cavités

Trois étapes sont nécessaires pour décrire une rupture induite par la présence de cavités:

- connaître la loi de germination;
- connaître la loi de croissance;
- établir un critère de rupture.

#### V.5.2.1. Théorie de croissance de cavités

Les modèles de germination et croissance de cavités interfaciales sont analogues aux modèles de rupture intergranulaire en fluage. Evans, Crumley et Demaray (1983) montrent que la germination des cavités le long d'une interface ondulée entre un métal et son oxyde a lieu préférentiellement dans les zones en tension normale à l'interface, c'est à dire les zones où la surface du métal est convexe (pour un observateur). Cela rejoint donc le concept de croissance de cavités intergranulaires sous l'effet d'une contrainte normale aux joints de grains.

Les mécanismes qui régissent la croissance des cavités sont multiples. Les principaux modèles décrivent la croissance contrôlée par la déformation plastique ou par la diffusion.

##### *V.5.2.1.1. Croissance contrôlée par la déformation plastique*

Rice et Tracey sont à l'origine de cette théorie où la vitesse de déformation plastique  $\dot{\epsilon}_p$  doit être suffisamment grande pour que les phénomènes de diffusion ne puissent être activés. La loi de Rice et Tracey rend compte de ce mécanisme dans le cas de cavités intergranulaires sphériques de rayon  $R$ . Elle est de la forme:

$$\frac{dR}{R} = f(d\epsilon_p) \quad \text{V.57}$$

Dans le cas d'une interface métal-oxyde au sein de laquelle se forment des cavités lorsque le système est porté à haute température, la déformation plastique de la sous-couche est probablement

plus importante que celle de l'alumine. Il est évident que la géométrie du problème change et que la sphéricité des cavités est très discutables étant données les différences de propriétés mécaniques et thermodynamiques de chaque côté de l'interface.

Ce mécanisme pourrait avoir lieu dans la cas de l'oxydation de la barrière thermique sous l'effet des contraintes morphologiques. Comme nous avons supposé, pour le calcul des contraintes tangentielles de croissance, que la déformation totale tangentielle due à la croissance de la couche d'oxyde est proportionnelle à l'épaisseur d'oxyde formée, si la croissance des cavités interfaciales était contrôlée par la déformation plastique de la sous-couche sous l'effet des contraintes de croissance, elle serait donc indirectement liée à l'épaisseur d'oxyde.

#### *V.5.2.1.2 Croissance contrôlée par la diffusion*

Hull et Rimmer (1959) sont à l'origine d'une analyse monodimensionnelle de la croissance des cavités sphériques intergranulaires de densité constante. Cette analyse est incomplète puisque qu'elle ne tient pas compte de l'évolution de la densité de cavités par germination.

La théorie a donc été étendue par Speight et Harris (1967) qui décrivent mieux la germination des cavités.

Mais à la suite de ces deux analyses simples, Raj et Ashby (1975) ont proposé une analyse plus générale basée sur la théorie énergétique de la germination..

Ils calculent les vitesses de croissance des cavités à densité de cavités constante en distinguant la croissance par diffusion volumique et la croissance par diffusion interfaciale. Cette dernière est bien souvent minoritaire. De plus, le modèle est tridimensionnel puisqu'il exprime la vitesse de croissance volumique des cavités.

Les expressions de ces auteurs sont de la forme:

$$\frac{dR}{dt} = f(D_g, D_v) \quad \text{V.58}$$

où  $D_g$  et  $D_v$  sont respectivement les coefficients de diffusion des lacunes aux joints de grains et en volume.

#### V.5.2.2 Germination des cavités

Soit une interface plane dont la densité de cavités à l'instant initial est nulle et soumise à une contrainte de traction normale à son plan. La variation de l'enthalpie libre du système résultant de la germination de cavités interfaciales est donnée par l'équation V.59.

$$\Delta G = -r^3 F_v \sigma + r^2 [\gamma F_s - \gamma_B F_B] \quad \text{V.59}$$

- où
- $\gamma$  et  $\gamma_B$  sont les énergies de la surface libre dans la cavité et l'énergie d'interface;
  - $F_v$ ,  $F_s$  et  $F_B$  sont des fonctions qui dépendent uniquement de la géométrie des cavités;
  - $r$  est le rayon de la cavité sphérique ou lenticulaire;
  - $\sigma$  est la contrainte;

- le premier terme exprime la variation d'enthalpie libre volumique associée à la germination;
- le deuxième terme exprime la variation d'enthalpie libre superficielle associée à la création de la surface libre de la cavité;

La variation d'énergie élastique du système est négligeable puisqu'elle est de l'ordre de  $\sigma^2/E$  et que  $\sigma^2 \ll E$ .

L'allure de la variation de  $\Delta G$  en fonction de  $r$  est représentée en figure V.58.

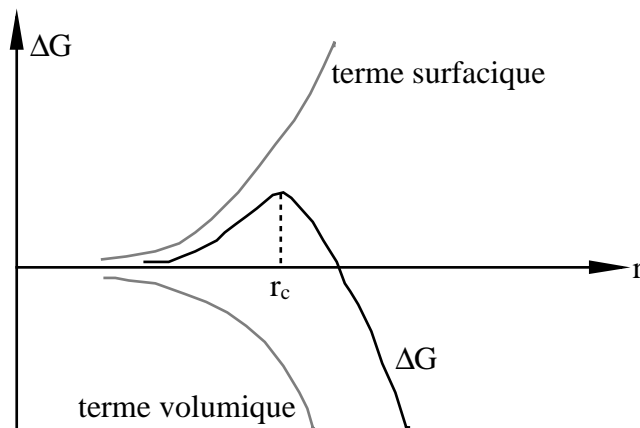


Figure V.58: variation schématisée de l'enthalpie libre accompagnant la germination d'une cavité.

Il existe donc un rayon critique  $r_c$  qui soit tel que l'augmentation de taille d'une cavité de rayon inférieur à  $r_c$  demande une augmentation de  $\Delta G$  ce qui est impossible; l'augmentation de taille d'une cavité de rayon supérieur à  $r_c$  entraîne une diminution de l'enthalpie du système c'est à dire une plus grande stabilité.  $r_c$  est défini par l'expression V.60.

$$r_c = \frac{2\gamma}{\sigma} \quad \text{V.60}$$

Si l'on suppose que l'état initial ne contient aucune cavité, il est thermodynamiquement impossible de faire germer des cavités car leur taille doit obligatoirement passer de zéro à  $r_c$ . Il est donc nécessaire de considérer une population aléatoire d'embryons dont certains sont amenés à disparaître et d'autres à germer. Raj et Ashby (1975) proposent une expression du taux de germination des cavités de la forme:

$$\frac{dp}{dt} = f(D_g, \rho) \quad \text{V.61}$$

où  $\rho$  est la densité de cavités.

### V.5.2.3 Critère de rupture

Le paramètre de dommage défini par Raj et Ashby (1975) est la fraction surfacique  $A(t)$  de cavités sur une interface. La rupture intervient lorsque qu'elle atteint une valeur critique  $A_c$ .

### **V.5.3. Etude des cavités des éprouvettes en sollicitation isotherme**

#### **V.5.3.1. Mécanisme de germination et croissance**

Examinons les données quantitatives expérimentales obtenues sur différents états du système. Le tableau V.3 reprend des mesures quantitatives effectuées sur échantillon plan, sur éprouvettes AG2C et sur les éprouvettes de fatigue oligocyclique en cycle triangle et maint.tens.

Condition d'essai	Densité de cavité ( $\text{mm}^{-1}$ )	Fraction linéique de cavités (%)
AG2C brut, R=3mm	70	9,22
AG2C 4h, R=3mm	126	17,6
AG2C 8h, R=3mm	57	28,21
AG2C 15h, R=3mm	52	47,74
AG2C 15h, R=10mm	48	27,73
plan 64h, R= $\infty$	58	5,603
fat. oligo. triangle 3h, $\Delta\epsilon_m=0,75\%$	89	4
fat. oligo. triangle 11h, $\Delta\epsilon_m=1,6\%$	154	13
fat. oligo.maint. tens. 10h, $\Delta\epsilon_m=1,6\%$	325	2,46

**Tableau V.3:** densités et fractions linéiques de cavités des éprouvettes de l'étude.

Les densités de cavités apparaissent sur la figure V.59 en fonction du temps passé à 1100°C. L'évolution de cette grandeur dans le cas de éprouvettes AG2C, montre qu'il existe un maximum aux alentours de 10000 à 15000s, c'est à dire entre 3 et 5 heures environ. Or il est peu probable que le nombre de cavités qui ont germé diminue, surtout dans le cas des éprouvettes AG2C, ou contrairement aux essais couplant l'oxydation à la déformation, très peu de cavités se retrouvent incluses dans la couche d'alumine. La coalescence des cavités est donc la seule cause possible.

En revanche les quelques mesures dont nous disposons sur les éprouvettes de fatigue oligocyclique ne traduisent aucune coalescence, malgré des densités de cavités plus élevées que sur les éprouvettes AG2C. La cause en est la très petite taille moyenne des cavités de fatigue oligocyclique.

Ainsi, la fatigue oligocyclique semble favoriser la germination des cavités interfaciales alors que les conditions subies par les éprouvettes AG2C favorisent la croissance.

Lorsque la coalescence intervient, les lois de croissance sont affectées. La coalescence est un phénomène très complexe à décrire en raison des fortes perturbations du champ de contraintes et donc des phénomènes de diffusion dans les zones jouxtant plusieurs cavités. Il requiert une analyse par éléments finis. Les auteurs s'en affranchissent dans la plupart des analyses incluant la théorie de germination et croissance des cavités.

De ce fait, nous ne raisonnerons pas sur la densité de cavités mais sur la fraction linéique d'interface affectée par les cavités.

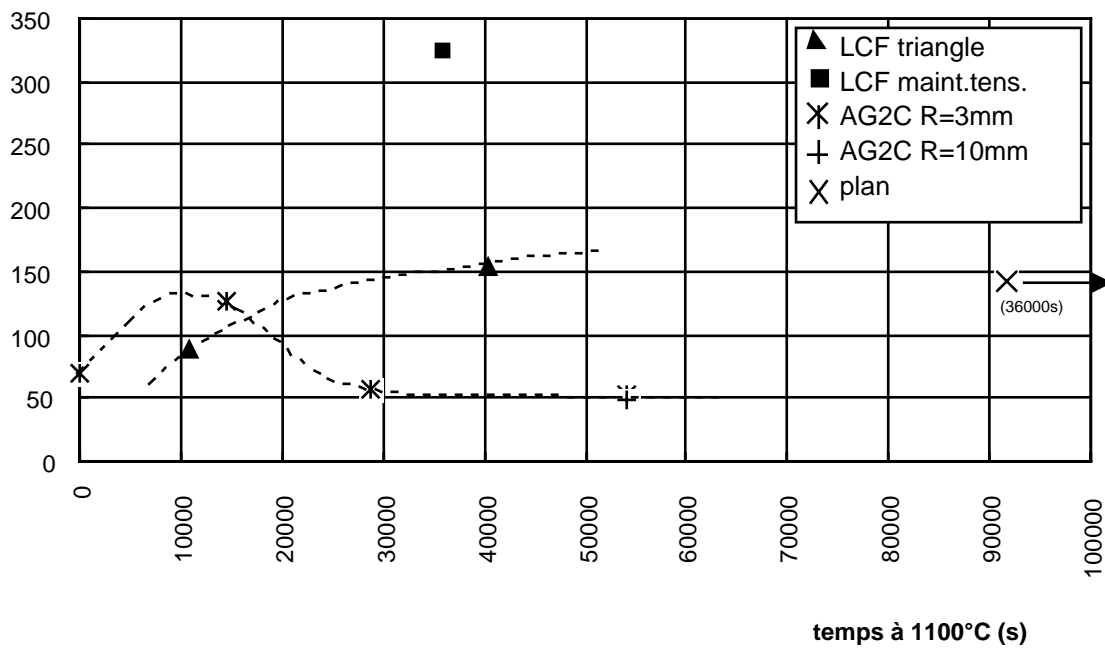


Figure V.59: évolution de la densité de cavités en fonction du temps passé à 1100°C

L'évolution de la fraction linéique de cavités avec le temps passé à 1100°C est représentée en figure V.60 et la figure V.61 montre la corrélation entre la fraction linéique de cavités (longueur interfaciale affectée) et la largeur moyenne des vides coalescés. Cette dernière figure montre une linéarité entre les deux grandeurs.

On exprimera donc la fraction linéique de cavités en fonction de la largeur moyenne de ces dernières par l'expression V.62.

$$f = K \bar{\ell} \quad \text{V.62}$$

où  $f$  est la fraction linéique de cavités (en %);

$\bar{\ell}$  est la largeur moyenne des cavités (en  $\mu\text{m}$ );

$K = 5,39$  est la constante de proportionnalité (en  $\%/\mu\text{m}$ );

La figure V.60 montre, en particulier dans le cas des éprouvettes AG2C, une linéarité entre la fraction linéique de cavités et le temps passé à 1100°C. Ce comportement concerne donc une géométrie d'éprouvettes ayant subi la même sollicitation. On peut donc supposer que le coefficient de proportionnalité  $v = \frac{d\bar{\ell}}{dt}$  dépend du rayon du substrat et du cycle mécanique.

L'évolution de  $v$  en fonction de l'inverse du rayon de courbure du substrat est représentée en figure V.62. Une nouvelle linéarité semble se dégager, en particulier pour les points correspondant aux essais sans couplage oxydation-déformation, c'est à dire les éprouvettes AG2C avec  $R=3\text{mm}$  et  $R=10\text{mm}$  et l'échantillon plan.

Il existe donc un coefficient  $\rho$  qui ne dépend que de la forme du cycle mécanique tel que:

$$v(R, \text{cycle}) = \frac{d\bar{\ell}}{dt} (R, \text{cycle}) = \rho (\text{cycle}) R^{-1} \quad \text{V.63}$$

avec  $v$  (oxydation statique) = 2,6  $\mu\text{m/s}$ .

$v$  (fatigue oligocyclique continue) = 0,9  $\mu\text{m/s}$ .

$v$  (fatigue oligocyclique maint.tens.) =  $2 \cdot 10^{-2}$   $\mu\text{m/s}$ .

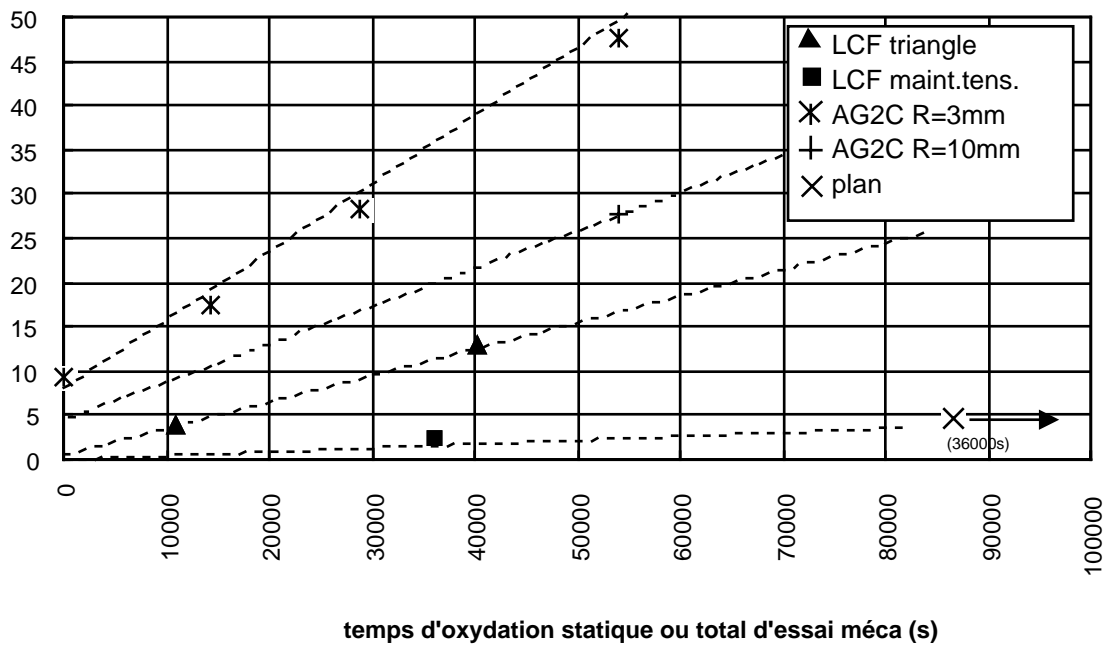


Figure V.60: évolution de la fraction linéique de cavités avec le temps passé à 1100°C.

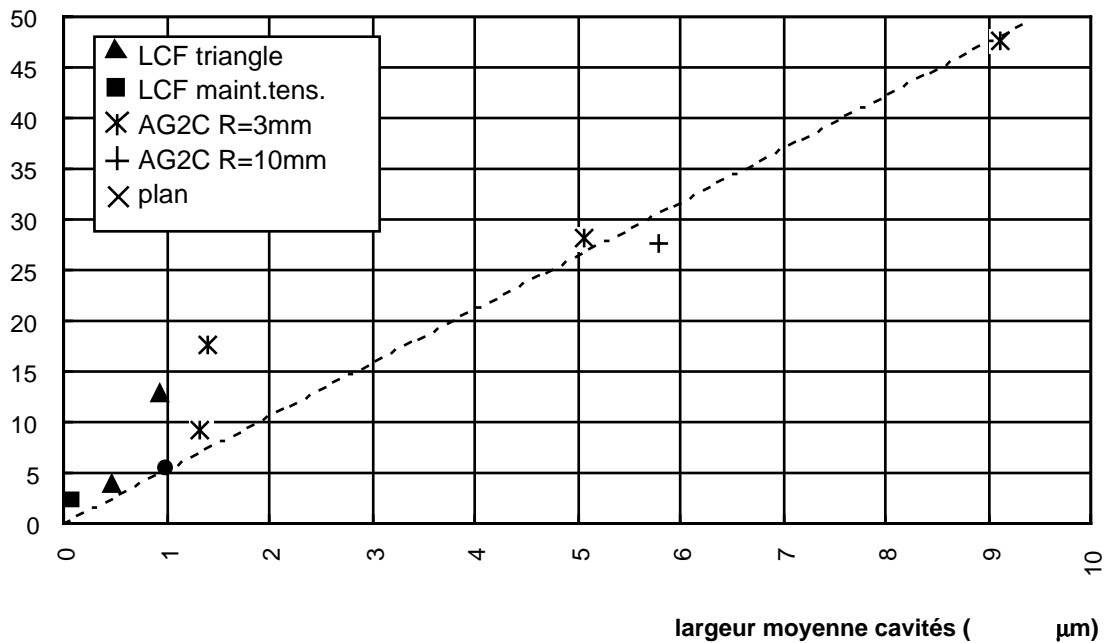


Figure V.61: évolution de la fraction linéique de cavités avec la largeur moyenne des cavités.

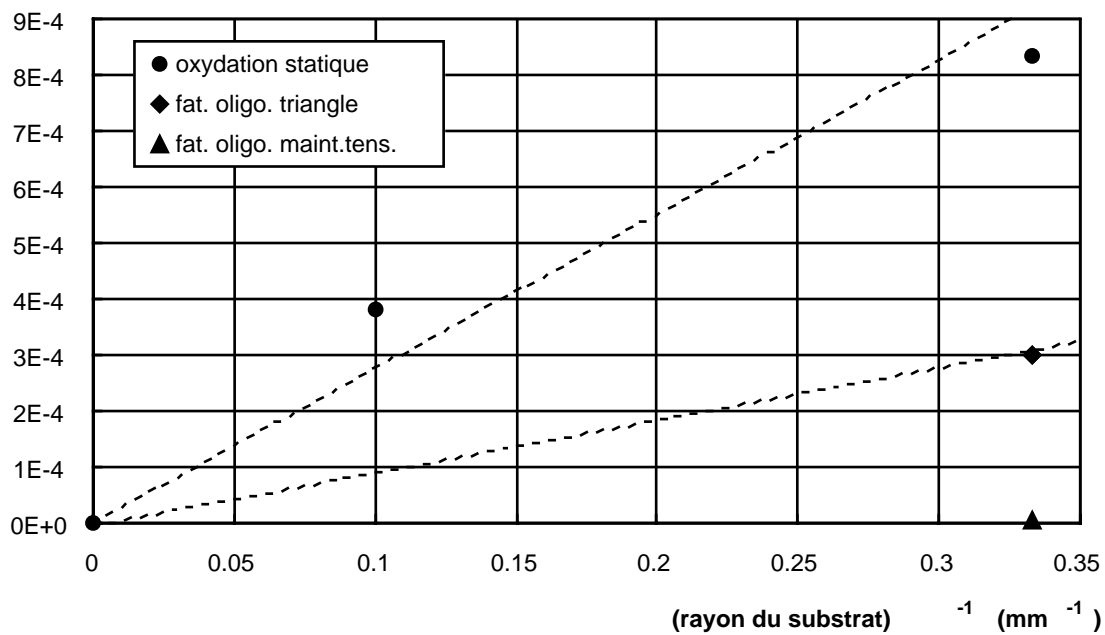


Figure V.62: évolution de  $v$  (variation de largeur moyenne des cavités en fonction du temps), avec le rayon de courbure du substrat.

Afin d'essayer d'éliminer le paramètre forme du cycle, il est possible d'introduire des corrélations avec l'épaisseur. La figure V.63 montre l'évolution de la variation du carré de l'épaisseur d'oxyde au cours de l'oxydation, normalisée par le temps d'oxydation élevé à une puissance  $\alpha$ , en fonction de la fraction linéique de cavités, c'est à dire  $\frac{e_{ox}^2(t=t_{1100}) - e_{ox}^2(t=0)}{t_{1100}^\alpha}$  en fonction de  $f$ .



Les variations de l'épaisseur d'oxyde normalisée seront décrites avec une fonction puissance de la fraction linéique de cavités, dont l'exposant et le facteur multiplicatif sont des constantes ne dépendant ni du rayon du substrat, ni du cycle mécanique:

$$\frac{e_{ox}^2(t=t_{1100}) - e_{ox}^2(t=0)}{t_{1100}^\alpha} = \beta f^\gamma \quad V.64$$

avec  $\beta = 3,4 \cdot 10^{-3} \mu m^2 s^{-\alpha} \%^{-\gamma}$ ;

$$\gamma = 0,3744;$$

$$\alpha = 0,59.$$

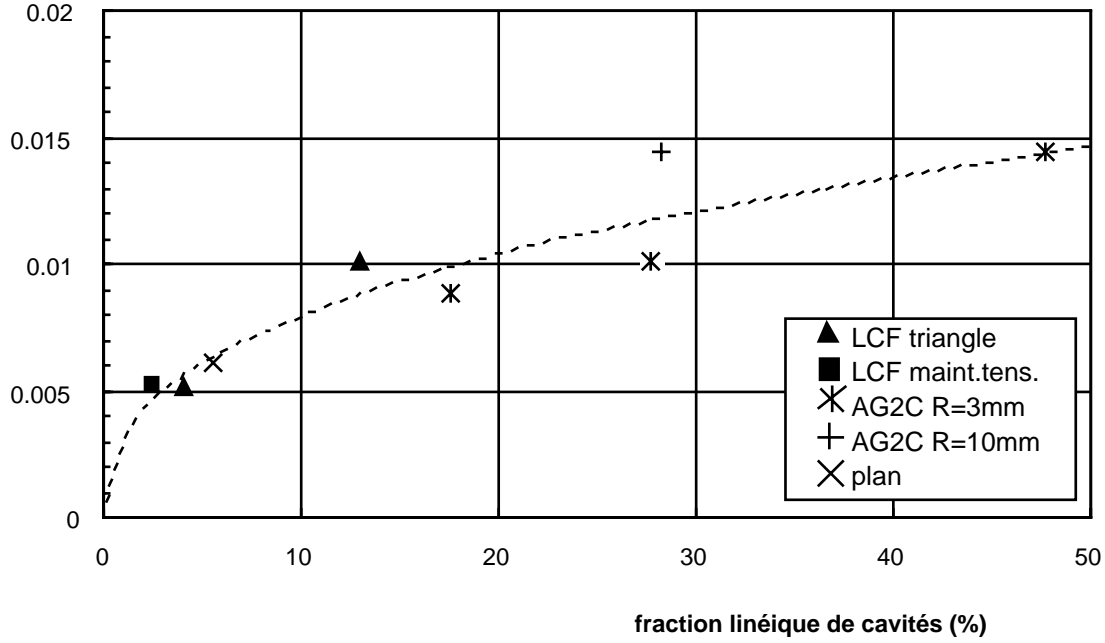


Figure V.63: évolution de l'épaisseur d'alumine normalisée avec la fraction linéique de cavités.

Finalement, en utilisant les relations V.62 et V.64, on obtient l'expression V.65 de l'évolution de la largeur moyenne des cavités.

$$\bar{\ell}(t,R) = \frac{1}{K} \left( \frac{e_{ox}^2(t) - e_{ox}^2(t=0)}{\beta t^\alpha} \right)^{1/\gamma} \quad V.65$$

L'expression V.65 va nous permettre de calculer l'évolution du nombre de cavités en supposant qu'elles ne sont pas coalescées. Pour cela, la variation de la fraction surfacique de cavités peut s'écrire:

$$df = \frac{N}{L} d\bar{\ell} + dN(1-f)\ell_0 \quad V.66$$

où  $N$  est le nombre de cavités en supposant qu'elles ne sont pas coalescées;

$L$  est la longueur de mesure de référence;

$\ell_0$  est la taille critique de germination des cavités.

Cette relation exprime que la longueur d'interface atteinte par les cavités entre deux instants  $t$  et  $t+dt$  dépend de la loi de croissance des cavités qui ont germé avant l'instant  $t$  (1<sup>er</sup> terme du second membre) et du nombre de cavités formées pendant  $dt$  sur la longueur interfaciale disponible (2<sup>ème</sup> terme du second membre).

En différenciant l'expression V.66 par rapport à la longueur moyenne des cavités, on obtient:

$$\frac{d\bar{\ell}}{d\bar{\ell}} = \frac{N}{L} + \frac{dN}{d\bar{\ell}}(1-f)\ell_0 \quad \text{V.67}$$

c'est à dire:

$$dN = \frac{LK - N}{(1-f)\ell_0} d\bar{\ell} \quad \text{V.68}$$

Les relations V.64, V.65 et V.68 mènent enfin à l'expression V.69.

$$dN = \frac{LK - N}{\left[1 - \left(\frac{e_{ox}^2(t) - e_{ox}^2(0)}{\beta t^\alpha}\right)^{1/\gamma}\right] K\beta\ell_0} d\left[\left(\frac{e_{ox}^2(t) - e_{ox}^2(0)}{\beta t^\alpha}\right)^{1/\gamma}\right] \quad \text{V.69}$$

D'autre part, la loi de croissance ne dépend des rayons de courbure du substrat que par l'intermédiaire de l'épaisseur d'oxyde et l'on a :

$$\frac{d\bar{\ell}(t,R)}{dt} = \frac{1}{K\beta} d\left[\left(\frac{e_{ox}^2(t) - e_{ox}^2(t=0)}{t^\alpha}\right)^{1/\gamma}\right] \quad \text{V.70}$$

### V.5.3.2. Dommages interfacial

La définition d'une variable de dommage requiert le choix d'une variable interne du système étudié représentative de son état de détérioration.

Considérons un solide endommagé dans lequel un élément de volume fini, d'une taille suffisamment grande par rapport aux hétérogénéités du milieu, a été extrait. Soit  $S$ , l'aire d'une section de l'élément de volume, repérée par sa normale  $\vec{n}$  et  $\tilde{S}$  l'aire du ligament de matériau non affecté par les défauts microstructuraux constituant le dommage.

La variable scalaire  $D_{\vec{n}} = \frac{S - \tilde{S}}{S}$  est la mesure mécanique de l'endommagement local suivant la direction  $\vec{n}$ . Si l'endommagement est anisotrope, la valeur de la variable scalaire  $D_{\vec{n}}$  dépend de l'orientation de la normale  $\vec{n}$ . Le dommage est alors exprimé à l'aide d'un tenseur du 2<sup>ème</sup> ordre ou du 4<sup>ème</sup> ordre.

Afin de décrire le dommage de la barrière thermique, il est nécessaire de définir précisément quel est le phénomène d'endommagement que l'on souhaite quantifier. Au chapitre I, la couche d'alumine était présentée comme la phase réalisant la liaison céramo-métallique entre la sous-couche

et la substrat. L'évolution de cette phase sous sollicitations thermiques et mécaniques se traduit par l'augmentation de l'épaisseur d'alumine et par la germination et la croissance de cavités interfaciales ou incluses. Nous avons établi que la fraction linéique de cavités interfaciales, en conditions d'oxydation isotherme, est reliée à l'épaisseur d'alumine et à la durée d'oxydation. Si les cavités sont principalement incluses dans la couche d'alumine par une oxydation anisotherme sous sollicitation mécanique couplée, celles-ci sont majoritairement interfaciales en oxydation isotherme couplée à la sollicitation mécanique et peuvent être considérées comme purement interfaciales en oxydation isotherme statique. Dans ce dernier cas, le nombre de cavités qui germent à l'interface restent interfaciales tout au long de leur croissance.

Malgré les nombreux mécanismes d'endommagement qui coexistent, le dommage interfacial de la barrière thermique sera décrit par un tenseur simplifié qui peut être réduit à une variable scalaire unique, la fraction linéique de cavités interfaciales, dont l'effet ne s'applique que dans la direction  $\vec{u}_r$  normale à la surface de la sous-couche. Cela suppose que les cavités n'influencent pas le comportement tangentiel de l'interface.

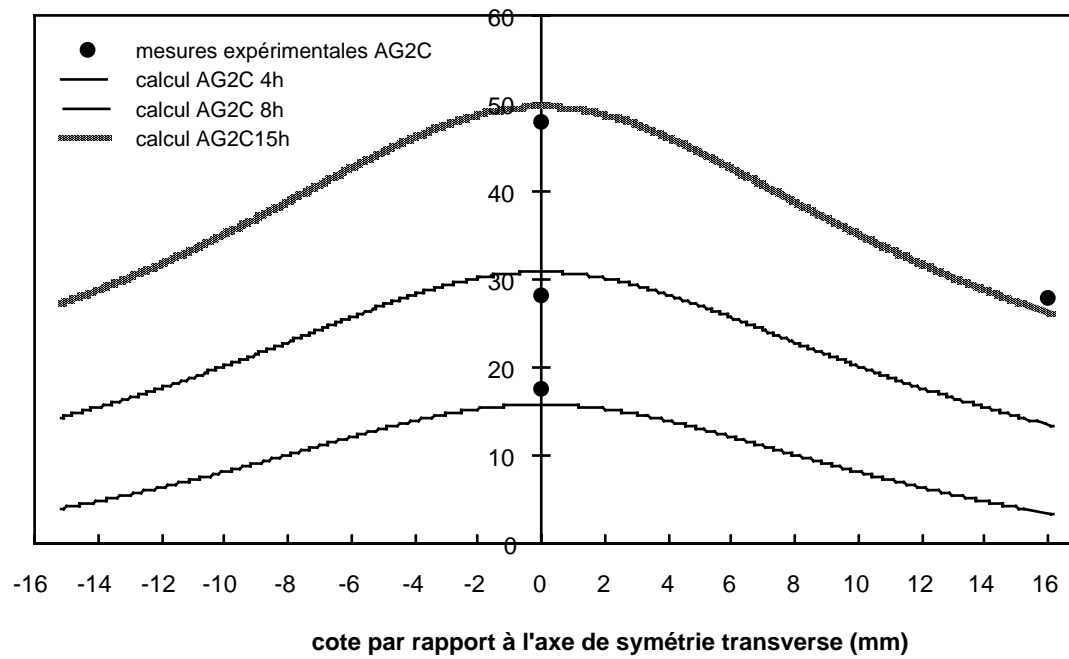
L'endommagement sera pris en compte en corrigeant le tenseur des contraintes. Ainsi, les contraintes effectives qui agissent sur le système sont données par le tenseur suivant où l'on ne s'intéresse pas aux composantes de cisaillement:

$$\tilde{\underline{\sigma}} = \begin{pmatrix} \frac{\sigma_{rr}}{1-f} & \cdot & \cdot \\ \cdot & \sigma_{\theta\theta} & \cdot \\ \cdot & \cdot & \sigma_{zz} \end{pmatrix} \quad \text{V.71}$$

où  $f$  est la fraction linéique de cavités interfaciales.

Cette écriture implique que lorsque les cavités croissent au point d'occuper toute la surface de l'interface, le délaminage de la barrière thermique est spontané, sans qu'aucune contrainte ne soit appliquée. Mais ce cas n'est physiquement pas réalisable puisque la formation de cavités interfaciales est couplée au développement de contraintes qui peuvent atteindre un critère de rupture pour une fraction linéique de cavités inférieure à 1.

Le dommage interfacial, calculé pour les trois éprouvettes AG2C vieilles 4h, 8h et 15h par les expressions V.51 et V.64 est comparé avec les mesures expérimentales sur la figure V.64.



**Figure V.64:** évolution du dommage interfacial, paramétré par le temps de vieillissement, le long d'une génératrice d'éprouvette AG2C.

## V.6. Energie de rupture interfaciale

A ce stade de l'étude, nous disposons de tous les éléments qui décrivent l'état mécanique du système. Nous allons nous appuyer sur la théorie développée au paragraphe III.1 et sur les observations expérimentales réalisées à l'issue des essais sur éprouvettes AG2C pour quantifier l'énergie de l'interface alumine sous-couche.

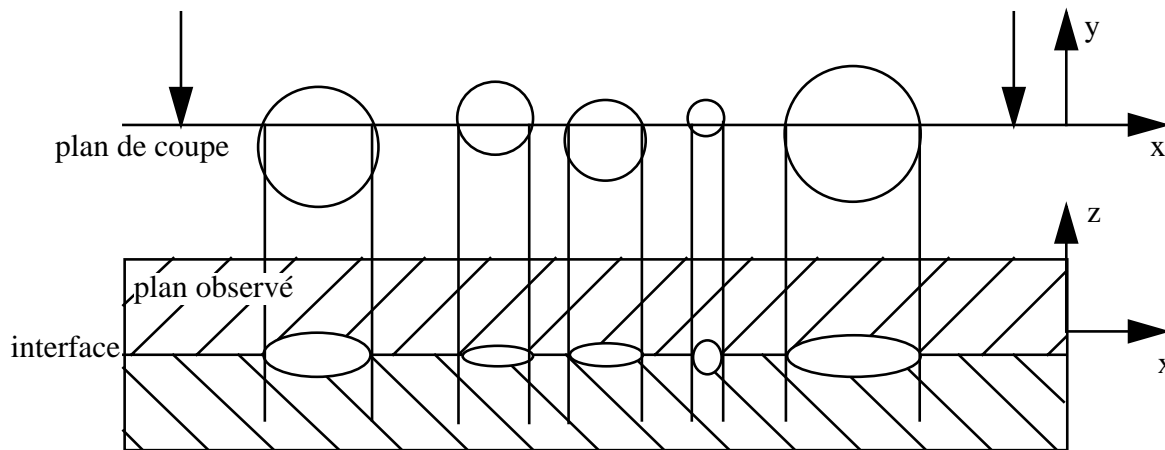
Les critères de rupture indiqués dans la bibliographie font intervenir la notion de contrainte critique (Hancock et Nicholls, 1988) ou de déformation critique (Schütze, 1995). Les modèles tiennent compte du mode de dégradation, flambage ou enclavage, qui dépend de l'importance relative entre l'épaisseur d'oxyde et la résistance interfaciale. Ce concept est illustré par Schütze (1995) qui présente une carte des modes de dégradation en fonction de ces paramètres.

### **V.6.1. Modélisation de l'endommagement des éprouvettes AG2C**

#### **V.6.1.1. Effet de volume sur la taille des défauts critiques**

Le dommage interfacial a toujours été mesuré sur des coupes, le long d'une génératrice d'éprouvette, sur une longueur de 200 à 1000  $\mu\text{m}$ . Deux corrections doivent être faites sur les histogrammes de largeurs curvilignes des cavités.

1- Le plan de coupe sur lequel sont observées les cavités ne passe pas forcément par la plus grande longueur de la cavité (Figure V.65).



**Figure V.65:** correction de la mesure des largeurs curvilignes des cavités

En toute rigueur, puisque les mesures ont été prises le long du bord de la cavité, côté sous-couche, il faudrait effectuer une correction tenant compte des trois dimensions des cavités. Nous nous contenterons d'une correction dans le plan de l'interface qui n'est pas très éloignée de la correction rigoureuse.

Dans le cas où le nombre total de cavités traversées par le plan de coupe est grand, la distribution de largeurs curvilignes des cavités est représentative des longueurs moyennes des cordes interceptant les cavités (figure V.66).

$$\text{On a } \ell_{\text{moy}}/2 = \frac{2}{\ell} \int_0^{\ell/2} \sqrt{(\ell/2)^2 - y^2} dy = \frac{\pi}{4} \ell$$

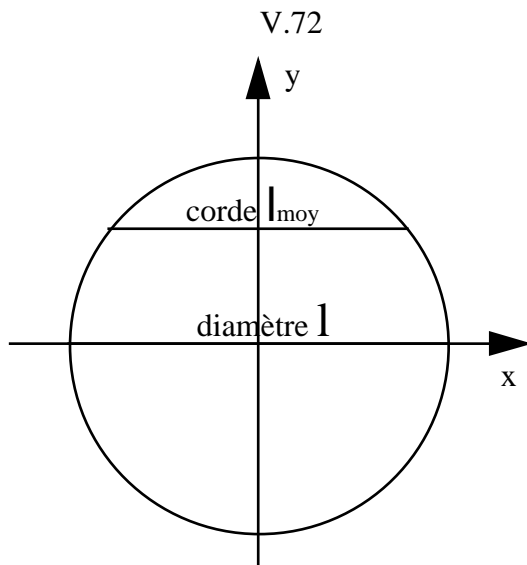


Figure V.66: schéma de la longueur moyenne de la corde interceptant la cavité

Pour la modélisation qui suit, les distributions de largeurs curvilignes de cavités seront donc corrigées du facteur  $4/\pi$ .

2- Il existe un effet de volume sur les largeurs curvilignes lorsque l'on change de surface de référence. Cet effet est comparable au phénomène qui a été décrit au chapitre II pour les tailles de grains de l'aluminium de nickel. Le schéma de la figure V.67 montre la surface d'une éprouvette AG2C développée (ce qui est un abus graphique car la surface ne peut pas être développée de manière plane) avec la zone qui a été balayée lors des mesures de largeurs curvilignes. La surface de la fenêtre d'observation est approximativement:

$$S_{\text{obs}} = 2 \ell_{\text{max}} \cdot L_{\text{réf}} \quad \text{V.73}$$

où  $\ell_{\text{max}}$  est la largeur maximale des cavités interfaciales;

$L_{\text{réf}}$  est la longueur explorée le long de la génératrice de l'éprouvette (cette longueur a été systématiquement précisée dans les tableaux de valeurs des largeurs de cavités).

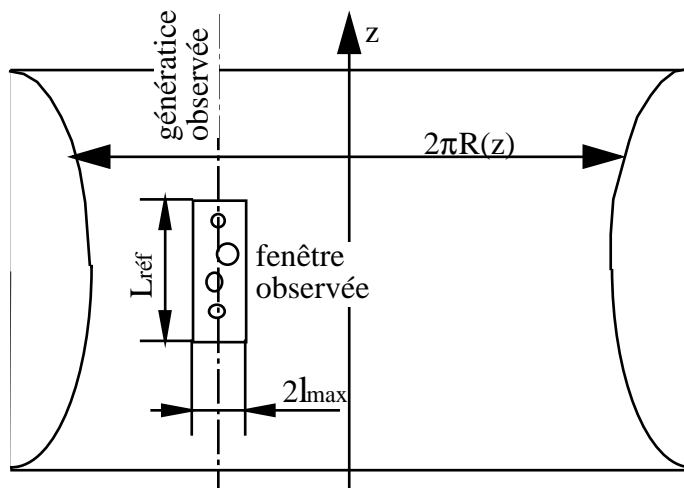


Figure V.67: fenêtre d'observation

Au chapitre II, l'effet de volume avait été introduit sous la forme d'une loi de Weibull. Dans ce cas, nous l'introduisons différemment.

Soit  $v_i$ , la fréquence d'une classe de largeur  $i$  de la distribution discrète de largeurs de cavités. Soit  $N_i(S)$  le nombre de cavités appartenant à une classe  $i$  pour une surface observée  $S$ .

On a  $v_i = N_i(S)/N_{\text{tot}}$

Pour faciliter les calculs il est possible de donner une description continue des distributions à l'aide d'une loi exponentielle (voir histogrammes de l'annexe 2). Soit  $p$ , la fonction exponentielle qui décrit une distribution:

$$p(\ell) = \frac{1}{\bar{\ell}} e^{-\ell/\bar{\ell}} \quad \text{V.74}$$

où  $\bar{\ell}$  est la largeur moyenne des cavités.

La fonction  $p$  a été représentée dans le cas des mesures effectuées sur les éprouvettes AG2C vieilles de 4 à 15 heures dans la zone de rayon  $R=3\text{mm}$  et sur l'éprouvette vieillie 15h dans la zone de rayon  $R=10\text{mm}$  (figure V.68). La facteur correctif explicité précédemment, lié à la position du plan de coupe dans la cavité  $y$  a été introduit.

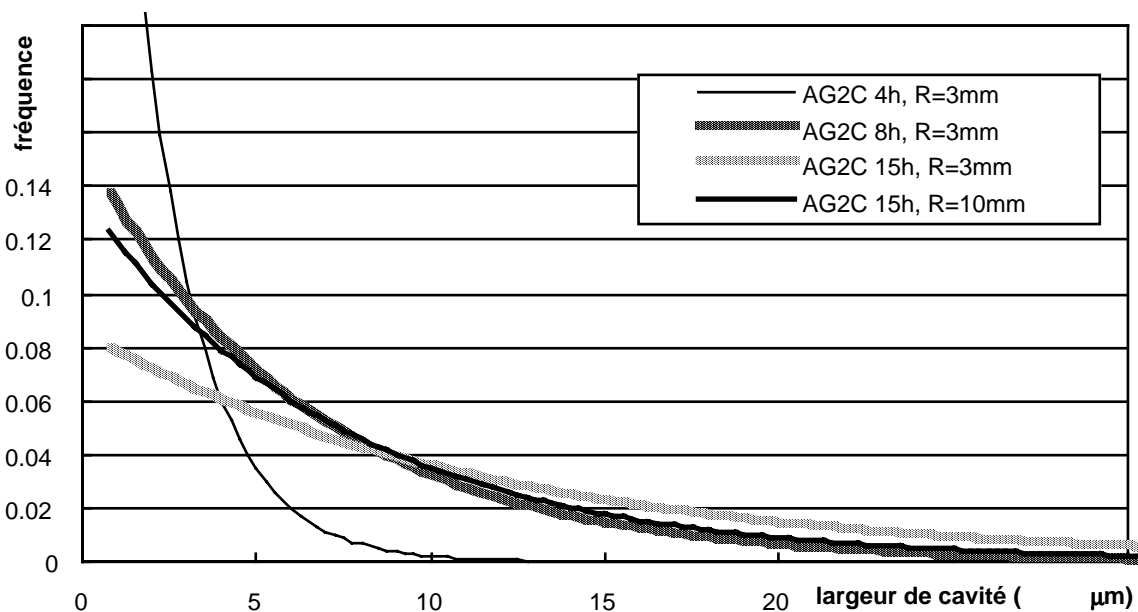


Figure V.68: lois exponentielles décrivant les distributions de largeurs de cavités.

A partir de cette loi en fréquence, il est possible de connaître le nombre de cavités (qui sera ici un nombre réel) correspondant à une largeur de cavité pour une surface observée  $S$ .

Soit  $P_S$  la fonction qui décrit la distribution de largeurs de cavités (en nombre) pour une surface  $S$ . On a:

$$P_S = N_{\text{tot}} p \quad \text{V.75}$$

où  $N_{\text{tot}}$  est le nombre total de cavités qui sont contenues dans la surface  $S$  (ce nombre est précisé dans les tableaux de valeurs des largeurs de cavités).

Et puisque  $\int_0^{+\infty} p(\ell) d\ell = 1$ , on a  $\int_0^{+\infty} P(\ell) d\ell = N_{\text{tot}}$ .

Pour connaître la taille de la plus grande cavité à l'aide de la distribution continue PS, il suffit alors de trouver la plus grande valeur  $\ell_{\max}$  telle que:

$$\int_{\ell_{\max}}^{+\infty} P(\ell) d\ell \geq 1 \quad \text{V.76}$$

On supposera de plus que l'effet d'échelle ne s'applique qu'à la valeur maximale des tailles de cavités. Etant donnée la forme très asymétrique de la distribution, l'effet d'échelle qui affecte de toute façon beaucoup plus les extrémités de la distribution serait très peu ressenti sur la valeur moyenne.

Par les valeurs contenues dans le tableau III.7 (largeur en AG2C) nous redonnons ci-dessous (tableau V.4) la largeur maximale de cavités mesurée expérimentalement et la largeur maximale calculée par l'expression V.76.

AG2C	L <sub>réf</sub> (μm)	$\ell_{\max}$ (μm) expérimental	$\ell_{\max}$ (μm) calculé
4h, R=3	199	8,83	8,25
8h, R=3	1025	22,46	26,25
15h, R=3	1318	48,17	48,75
15h, R=10	1087	32,46	29,75

**Tableau V.4:** comparaison des largeurs de cavités expérimentales et calculées pour la fenêtre d'observation ayant servi aux mesures.

Dans le chapitre III, les éprouvettes AG2C avaient été discrétisées en tranches d'épaisseur  $dz=0,05\text{mm}$ . Cette même discrétisation sera utilisée dans les modèles qui suivent. Ainsi, il faut calculer l'effet d'échelle correspondant au passage de la surface de la fenêtre d'observation ayant servi aux mesures à la surface totale d'une tranche d'éprouvette de rayon  $R(z)$  et d'épaisseur  $dz$ .

Le tableau V.5 donne le nombre de cavités contenues dans les tranches correspondant à  $R=3\text{mm}$  et  $R=10\text{mm}$  et la valeur de la taille maximale calculée par l'expression V.76.

AG2C	N <sub>tot</sub>	$\ell_{\max}$ (μm) calculé
4h, R=3	598	17,5
8h, R=3	1169	44,75
15h, R=3	511	70,25
15h, R=10	2328	55,75

**Tableau V.5:** nombre de cavités expérimental et largeur maximale des cavités calculés pour la surface d'une tranche d'éprouvette AG2C de rayon R.

#### V.6.1.2. Tentatives de modélisation directe



Afin de déterminer l'énergie intrinsèque (qui ne tient pas compte du dommage) de l'interface alumine-sous-couche, les essais conduits sur les éprouvettes AG2C sont particulièrement indiqués.

Nous nous limiterons à l'exploitation des essais sur éprouvettes vieilles de 4h à 15h pour lesquelles la sollicitation est élastique. De plus on négligera l'énergie dissipée par la fissuration transverse de la sous-couche et l'on considèrera que toute l'énergie est disponible pour la décohésion interfaciale. L'approche est donc conservative pour la tenue du système.

Il est tout d'abord évident de se demander si la rupture interfaciale n'est pas due au flambage de l'oxyde sous l'effet des contraintes tangentielles seules et autour d'une cavité de largeur  $\ell_{\max}$ , taille maximale de la distribution de largeurs curvilignes de cavités situées à une cote  $z$  fixée. D'après la relation III.3, la contrainte critique de flambage est de l'ordre de plusieurs centaines de milliers de GPa! Ce qui exclut un flambage spontané. Outre les contraintes tangentielles qui travaillent dans le sens du flambage, il existe les contraintes radiales dues au rayon de courbure du substrat. On peut donc envisager le cas d'une membrane (oxyde) non adhérente au substrat sur une largeur  $\ell_{\max}$  et soumise à une pression hydrostatique interne. Une solution de ce problème illustré par la figure V.69, est donnée par Jensen (1990). La pression interne  $\sigma$  induit un moment de flexion  $M$  au raccordement de la membrane et du substrat et un déplacement  $\delta$  de la membrane.

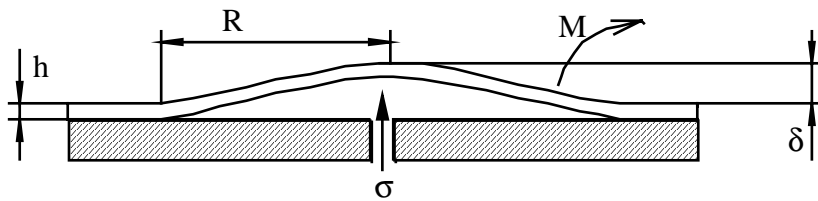


Figure V.69: membrane soumise à une pression interne.

Le taux de libération d'énergie est donné par l'expression V.77.

$$G = \frac{3}{32} \frac{1 - \nu_{\text{membrane}}}{E_{\text{membrane}}} \frac{\sigma^2 R^4}{h^3} \quad \text{V.77}$$

En considérant une pression  $\sigma$  de l'ordre de 25 MPa, ordre de grandeur des contraintes radiales auxquelles est soumis notre interface et un rayon égal à  $\ell_{\max}/2$ , le taux de libération d'énergie atteint quelques dizaines de  $\mu\text{J}/\text{m}^2$ !, ce qui ne risque pas de propager la zone de décohésion au raccordement membrane/substrat.

En conclusion le flambage de la couche d'oxyde induit par les contraintes tangentielles et assisté par la contrainte normale n'est pas activé. Un autre mécanisme est donc responsable de la rupture interfaciale et nous nous proposons donc d'échafauder un modèle micromécanique pour le décrire.

L'analyse de ces éprouvettes d'une géométrie très particulière n'est pas évidente et nous choisissons d'en donner une description simplifiée analytique.

### **V.6.2. Modèle de rupture interfaciale le long d'une génératrice d'éprouvette**

### V.6.2.1. Modèle de rupture due à un alignement périodique de défauts interfaciaux

#### V.6.2.1.1. Géométrie du modèle

Discretisons l'éprouvette en sections d'épaisseur  $dz=0,05\text{mm}$  (comme nous l'avons déjà fait au chapitre III pour quantifier les aires endommagées). Le cisaillement dû aux contraintes différentielles existant entre deux sections consécutives est négligé. Ainsi une section est traitée en contrainte plane mais on introduira un report d'énergie d'une section sur la suivante lors de la rupture.

En négligeant de plus les contraintes de croissance de la couche d'oxyde, négligeables devant les contraintes thermiques et qui sont d'ailleurs contenues indirectement dans le dommage interfacial lié aux cavités, les paramètres nécessaires à l'analyse d'une tranche située à la cote  $z$  et d'épaisseur  $dz$  sont:

- les contraintes d'origine thermique dont la composante  $\sigma_{\theta\theta,th}$  est supposée constante et  $\sigma_{rr,th}$  qui dépend de  $z$  par l'intermédiaire du rayon de courbure convexe de la section;
  - les contraintes d'origine mécanique  $\sigma_{\theta\theta,m}$  et  $\sigma_{rr,m}$ ;
  - le dommage interfacial  $D$ ;
  - la largeur moyenne  $\bar{\ell}$  (corrigée par l'effet de plan de coupe) d'une cavité interfaciale.
- Tous ces paramètres dépendent de la cote  $z$  par l'intermédiaire de la courbure du substrat.

La figure V.70 schématise le modèle et montre les éléments de volume le long d'une génératrice de l'éprouvette. Chaque tranche d'épaisseur  $dz$  contient des cavités de largeur  $\bar{\ell}(z)$  régulièrement espacées. D'après la relation V.62, la périodicité du motif est constante, quelle que soit la cote  $z$ , c'est à dire quelle que soit la fraction linéique de cavités, puisqu'il existe une relation linéaire entre la largeur moyenne et la fraction linéique. On considère donc que chaque tranche se comporte comme deux milieux semi-infinis séparés par une interface et contenant une rangée de fissures purement interfaciales de largeur  $\bar{\ell}(z)$  et de longueur infinie. Les fissures sont traversantes.

Le taux de libération d'énergie de cette configuration est donné par l'annexe 4 et est repris ici avec les notations de ce modèle:

$$\frac{G}{G_0} = \frac{1}{2} \left( 1 + \frac{\mu_{NiAl}(1 + \eta_{NiAl})}{\mu_{ox}(1 + \eta_{ox})} \right) \frac{A^2 + B^2}{A^2} \left[ \frac{\cosh(\pi \bar{\ell} K)}{\cosh(\pi \bar{\ell} K \epsilon)} \right]^2 \quad V.78$$

$$\text{où} \quad A = \sin \frac{\pi \bar{\ell} K}{2} \cosh(\pi \bar{\ell} K \epsilon);$$

$$B = \cos \frac{\pi \bar{\ell} K}{2} \sinh(\pi \bar{\ell} K \epsilon);$$

$$G_0 = \frac{1}{K} \frac{1 + \eta_{ox}}{4\mu_{ox}} \sigma^2 \tan \frac{\pi \bar{\ell} K}{2};$$

$K$  est la constante de proportionnalité définie par l'expression V.62;

$\varepsilon$  définit les valeurs propres de la singularité oscillante par l'expression III.4 et à partir des coefficients de Dundurs;

$\mu_j$  est le module de cisaillement ou coefficient de Lamé ( $j=ox$  ou  $NiAl$ );

$\eta_j = (3-\nu_j)/(1+\nu_j)$  en contraintes planes ( $j=ox$  ou  $NiAl$ );

$\nu_j$  est le coefficient de Poisson ( $j=ox$  ou  $NiAl$ ).

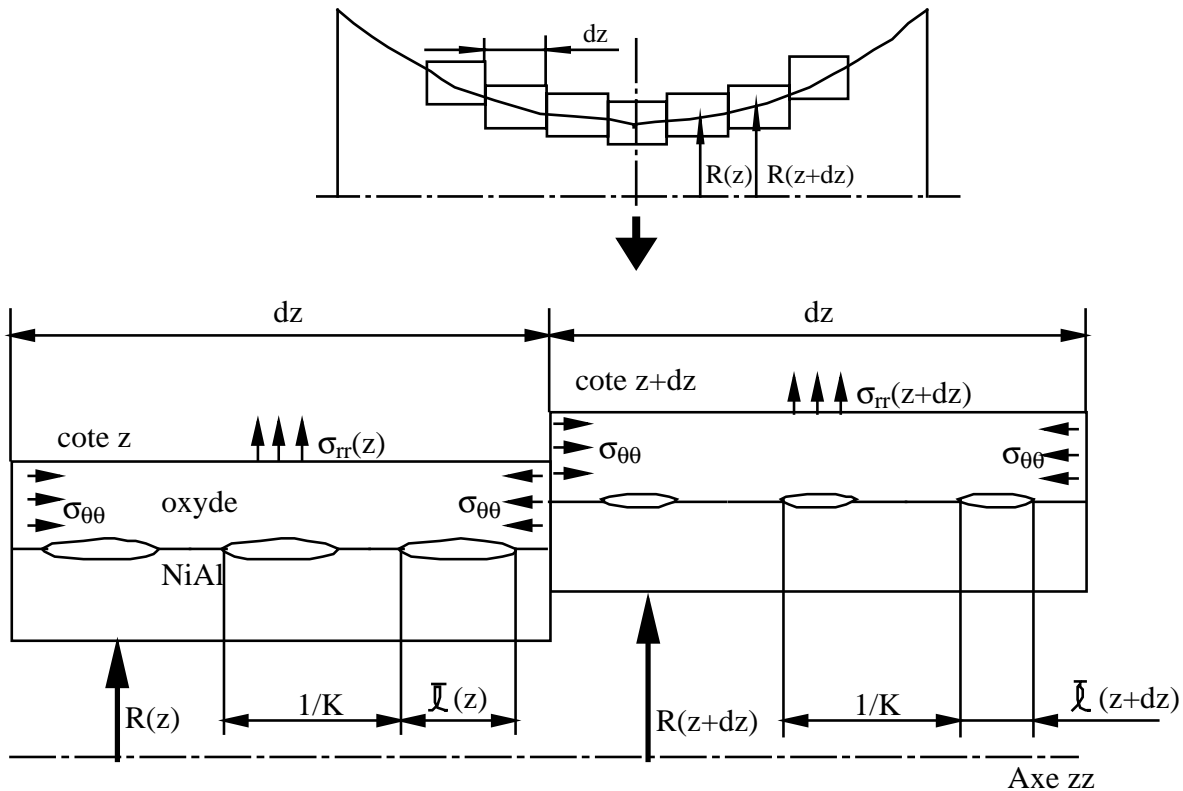


Figure V.70: discrétisation longitudinale.

#### V.6.2.1.2. Mécanisme de rupture des éléments de volume

Chaque tranche d'épaisseur  $dz$  est sollicitée par une contrainte  $\sigma_{rr}(z)$ . La génératrice de l'éprouvette qui nous indique si un élément de volume représenté sur la figure V.70 sera rompu ou non, est la génératrice que l'on a observé expérimentalement et qui donne les largeurs endommagées de la figure III.23. Soit  $N_{tot}$  le nombre total de tranches rompues sur une moitié d'éprouvette. Soit  $i$  ( $i \in [0, N_{tot}]$ ) l'indice d'une tranche. La tranche d'indice  $i=0$  est la tranche centrale.

Lorsque l'éprouvette est sollicitée en traction, le taux de libération d'énergie  $G$  relatif à chaque tranche commence à augmenter. Lorsque  $G$  atteint la valeur critique de l'énergie de rupture interfaciale  $G_{Ic}$ , le délaminage de l'interface se produit. Cependant, le chargement appliqué lors de l'essai ne cesse pas à cet instant et l'élément de volume qui vient de se rompre reçoit davantage d'énergie qu'il ne lui en faudrait.

Cette remarque montre que la rupture n'a pas lieu dans des conditions de stabilité où  $G=G_{Ic}$ . Afin de tenir compte de cet excédent énergétique, on suppose qu'une fois l'élément  $i$  cassé, celui-ci ne

consomme plus du tout d'énergie (cela suppose que l'endommagement est purement un délaminage interfacial élastique) et que l'énergie excédentaire est disponible pour casser l'élément  $i+1$ .

Ainsi le taux de libération d'énergie effectif d'un élément  $i+1$  est  $\tilde{G}(i+1)$  tel que:

$$\tilde{G}(i+1) = G(i+1) + [\tilde{G}(i) - G_{Ic}] \quad V.79$$

où  $G(i+1)$  est le taux de libération d'énergie de l'élément  $i$  défini par l'expression V.78 sans tenir compte du report énergétique;

$\tilde{G}(i) - G_{Ic}$  est l'excédent d'énergie des éléments d'indice inférieur ou égal à  $i$ .

Les conditions initiales de la récurrence sont que l'énergie excédentaire de l'élément d'indice 0 se partage en parts égales sur les deux éléments ( $i+1$ ) situés de part et d'autre. Ensuite l'énergie excédentaire de deux éléments  $k$  (situés aux cotes  $-z$  et  $z$ ) se reporte sur les deux éléments  $k+1$  adjacents (situés aux cotes  $-z-dz$  et  $z+dz$ ).

Il en résulte l'expression générale de  $\tilde{G}$  :

$$\tilde{G}(i) = \sum_{i=0}^{N_{tot}} G(i) - \frac{2N_{tot} - 1}{2} G_{Ic} \quad V.80$$

La fissure ne pouvant plus être amorcée à partir de l'élément d'indice  $N_{tot}+1$ , cela indique que le taux de libération d'énergie de l'élément d'indice  $N_{tot}$  en tenant compte du report énergétique est exactement égal à  $G_{Ic}$ . Il n'y a donc aucune énergie à reporter sur l'élément  $N_{tot}+1$  et son taux de libération d'énergie devient insuffisant pour casser l'élément. En réalité c'est une condition qui donne une borne inférieure de  $G_{Ic}$ , car on pourrait envisager un faible report sur l'élément  $N_{tot}+1$  tel que  $\tilde{G}(N_{tot}+1)$  n'atteigne pas  $G_{Ic}$ . L'erreur commise est cependant très faible.

En écrivant donc la condition sur l'élément d'indice  $N_{tot}$ :

$$\tilde{G}(N_{tot}) = G_{Ic} \quad V.81$$

L'énergie de rupture interfaciale peut être calculée par:

$$G_{Ic} = \frac{2}{2N_{tot} + 1} \sum_{i=0}^{N_{tot}} G(i) \quad V.82$$

#### V.6.2.1.3. Etat de contrainte des éléments

La contrainte d'origine thermique est issue du calcul du paragraphe V.2.5. dans le cas d'un refroidissement à four coupé après une oxydation statique, selon le trajet thermique présenté par la figure V.6.

Les contraintes morphologiques sont négligées devant les contraintes d'origine thermique.

La contrainte qui résulte de la traction monotone a été calculée par une autre méthode. En effet, appliquée à température ambiante, cette sollicitation n'entraîne pas de relaxation par viscoplasticité de la sous-couche. On peut donc considérer que le substrat et la sous-couche forment un noyau homogène élastique (les modules d'Young de l'AM1 et de NiAl sont peu différents à température ambiante) et que l'alumine et la zircone forment une coque élastique, le module d'Young de la zircone étant prépondérant, étant donné son épaisseur. Il est donc aisé dans ce cas d'utiliser l'approche d'Evans, Crumley et Demaray (1983) présentée au paragraphe V.2.2. Les expressions V.9 et V.10 ont été utilisées avec le module d'Young de la zircone et l'épaisseur de la zircone, en négligeant celle de

l'alumine. La déformation radiale  $\varepsilon_{rr}$  induite par la traction longitudinale  $\varepsilon_{zz}$  se déduit de la relation  $\varepsilon_{rr} = -\nu \varepsilon_{zz}$  et du graphique de la figure III.14 qui donne la déformation dans chaque section de l'éprouvette AG2C par tranche d'épaisseur  $dz=0,05\text{mm}$ .

La contrainte normale  $\sigma_{rr,\text{méca}}$  est représentée en figure V.71 en fonction de la cote de l'éprouvette. La figure V.72 présente la contrainte normale totale (d'origine mécanique et thermique) en fonction de la cote de l'éprouvette. Les différences entre les trois temps de vieillissement sont très faibles, cela montre que la variable de dommage interfaciale (figure V.64) a une grande importance.

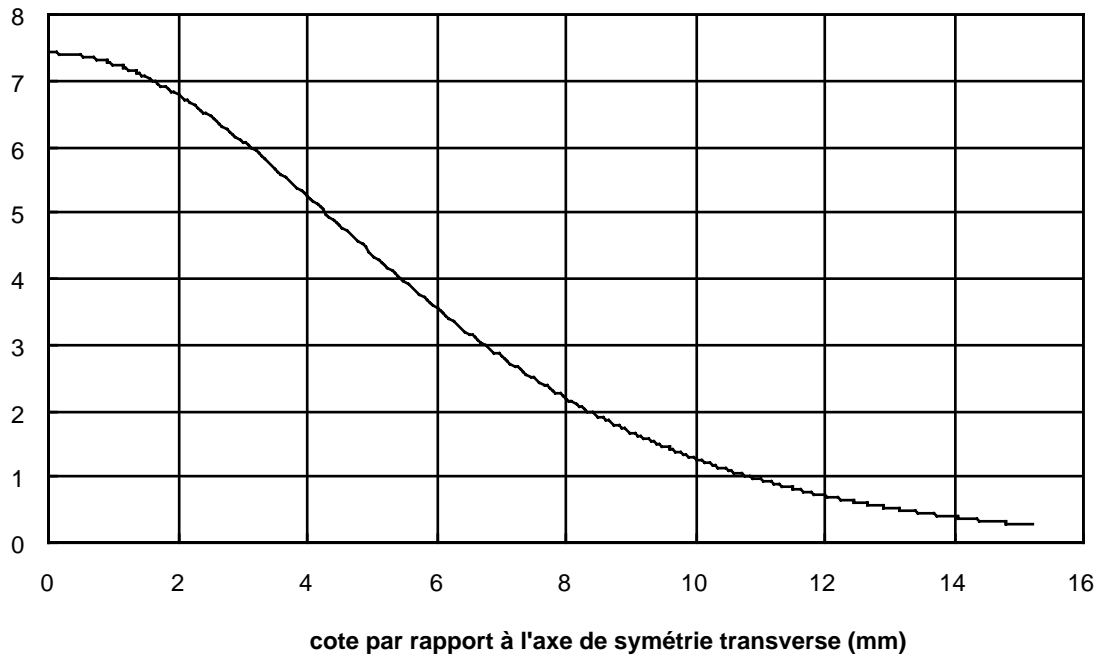


Figure V.71: contrainte normale d'origine mécanique calculée par tranche d'épaisseur  $dz=0,05\text{mm}$ .

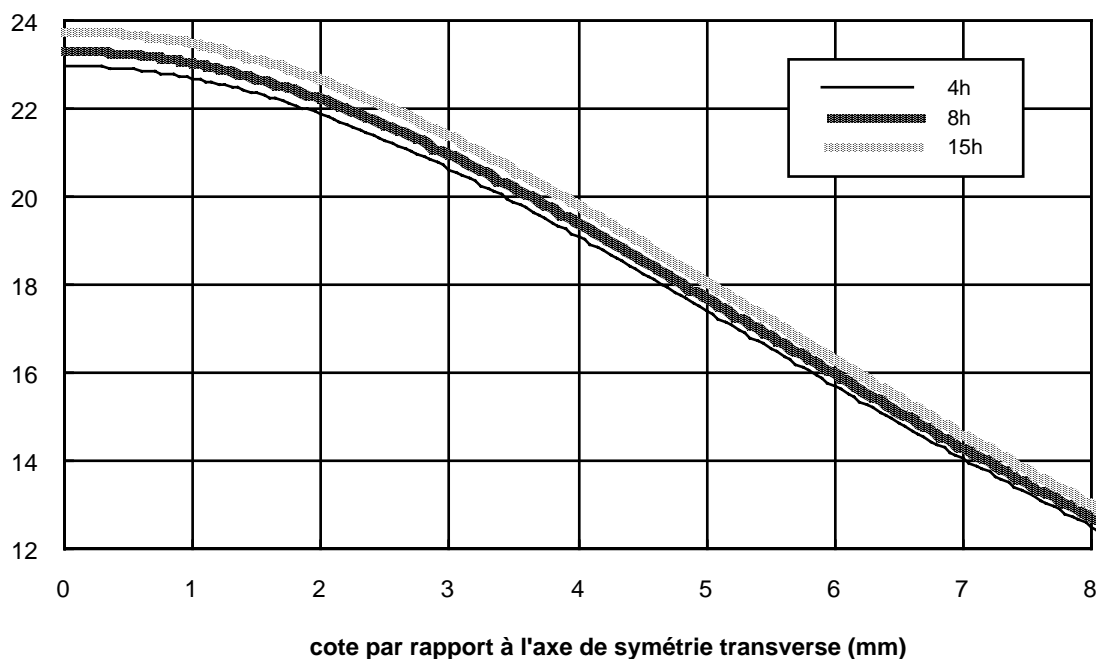
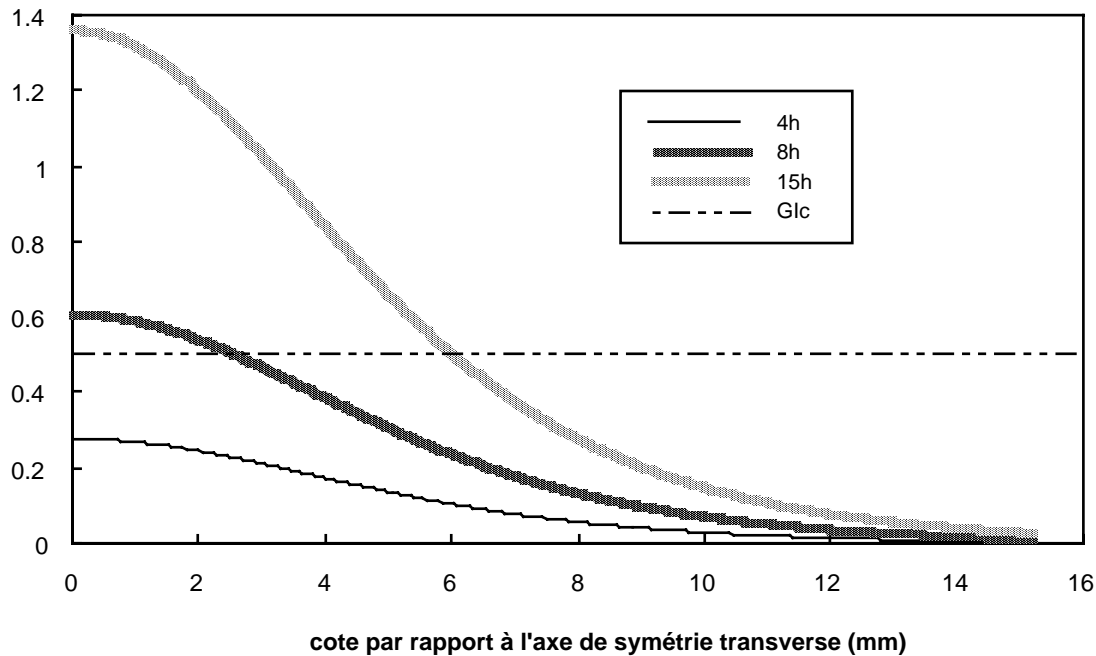


Figure V.72: contrainte normale totale calculée par tranche d'épaisseur  $dz=0,05\text{mm}$ .

#### V.6.2.1.4. Résultat du modèle

La figure V.73 présente le taux de libération d'énergie  $G$ , en fonction de la cote de l'éprouvette. Pour calculer  $G_{Ic}$  par l'expression V.82, nous avons  $N_{tot}=82$  pour l'éprouvette vieillie pendant 8h et  $N_{tot}=231$  pour l'éprouvette vieillie pendant 15h.



**Figure V.73:** taux de libération d'énergie ne tenant pas compte du report énergétique.

La valeur maximale de  $G$  obtenue sur l'éprouvette vieillie pendant 4h est inférieure à  $G_{Ic}$  puisque l'éprouvette ne présente pas d'endommagement interfacial. Les valeurs de  $G_{Ic}$  obtenues pour les éprouvettes vieilles 8h et 15h sont présentées dans le tableau V.6. Avec ces valeurs de l'énergie de rupture  $G_{Ic}$ , la figure V.74 montre les valeurs de  $\tilde{G}$  calculées en fonction de la cote de l'éprouvette.

Temps de vieillissement	8h	15h
$G_{Ic} (J/m^2)$	0,52	0,64

**Tableau V.6:** valeurs de  $G_{Ic}$  calculées par le modèle

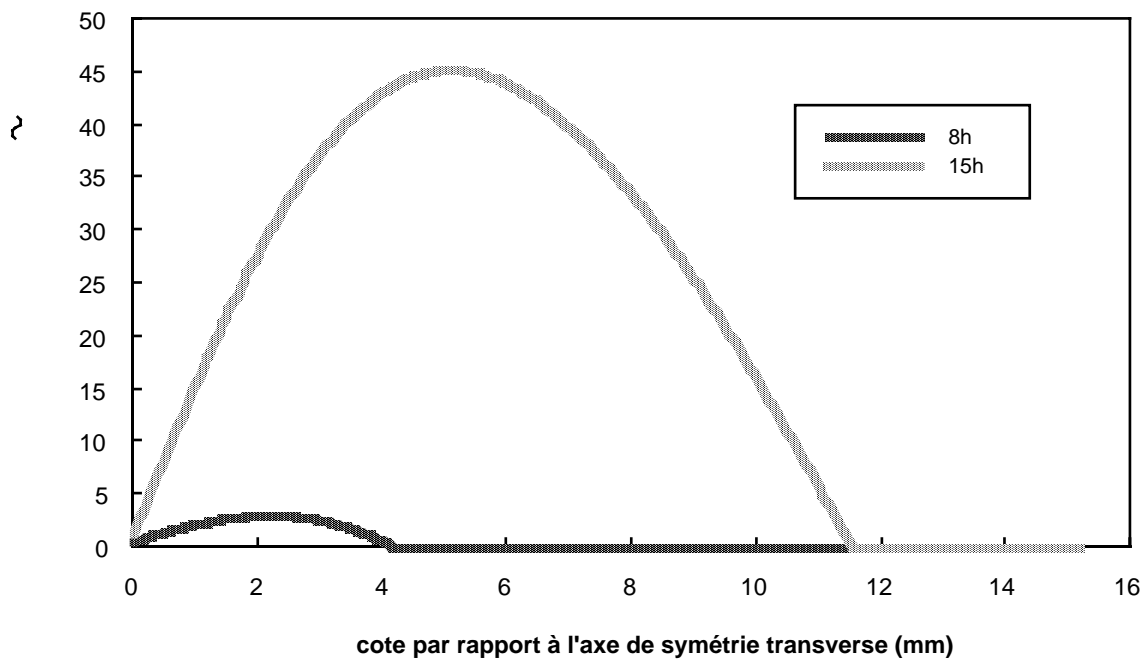


Figure V.74: taux de libération d'énergie effectif tenant compte du report énergétique.

Deux remarques montrent que ce modèle ne décrit pas très bien la situation:

- La différence entre les deux valeurs pourrait venir de l'incertitude expérimentale mais on pourrait toutefois s'attendre à obtenir une valeur plus faible de  $G_{Ic}$  dans le cas de l'éprouvette vieillie 15h car la ségrégation de soufre à l'interface pendant le vieillissement abaisse l'énergie d'adhésion du système;
- d'autre part, les valeurs obtenues semblent anormalement faibles. Des ordres de grandeur données par Huntz (1995) pour l'interface Ni/NiO et Cr/Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sont de 3 à 6 J/m<sup>2</sup>.

Dans ce modèle, nous avons supposé que la rupture s'amorce à partir d'une rangée de défauts interfaciaux colinéaires de largeur moyenne  $\bar{\ell}(z)$ . En fait, les distributions de largeurs curvilignes de cavités interfaciales sont assez étalées et asymétriques. Le rapport entre la largeur maximale et la largeur moyenne varie autour de 4 mais il faut également tenir compte de l'effet de volume.

Dans l'hypothèse où la rupture serait induite par le maillon le plus faible, c'est à dire une cavité de largeur maximale, l'énergie de rupture interfaciale en serait augmentée. C'est ce que nous décrivons dans le modèle qui suit.

#### V.6.2.2. Modèle de type maillon le plus faible

##### *V.6.2.2.1. Particularités inhérentes à cette nouvelle formulation*

La figure V.75 schématise le modèle et montre les éléments de volume le long d'une génératrice de l'éprouvette. On suppose que dans chaque tranche d'épaisseur  $dz$ , il existe au moins une cavité de taille maximale.





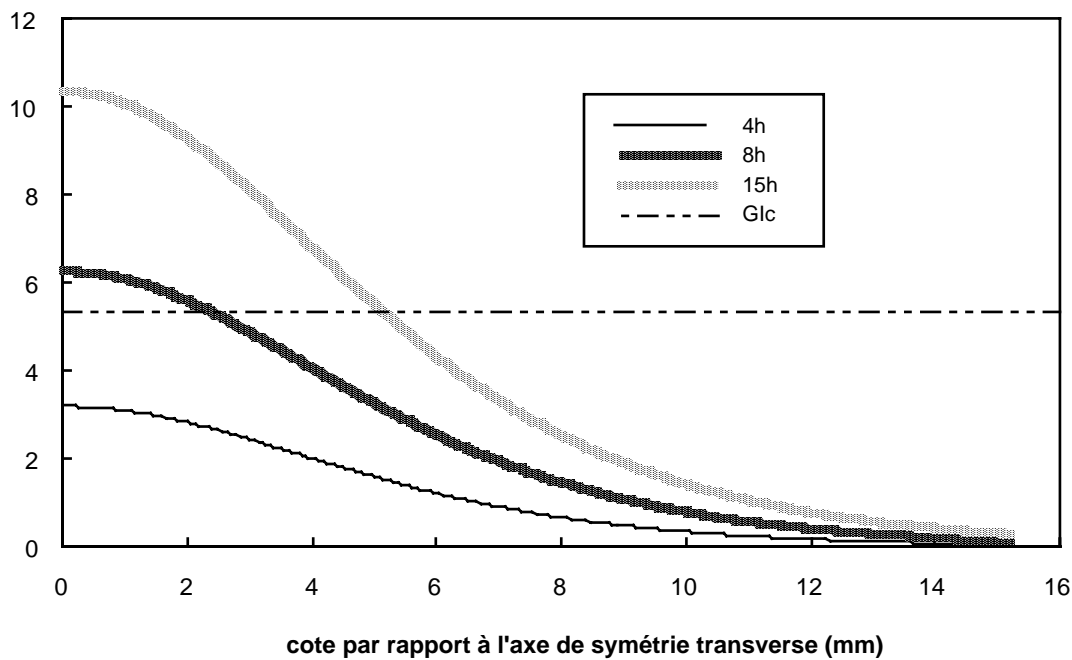


Figure V.76: taux de libération d'énergie intrinsèque ne tenant pas compte du report énergétique.

Les valeurs de  $G_{Ic}$  obtenues pour les éprouvettes vieilles 8h et 15h sont présentées dans le tableau V.7. Avec ces valeurs de l'énergie de rupture  $G_{Ic}$ , la figure V.77 montre les valeurs de  $\tilde{G}$  calculée en fonction de la cote de l'éprouvette.

Temps de vieillissement	8h	15h
$G_{Ic} (J/m^2)$	5,45	5,19

Tableau V.7: valeurs de  $G_{Ic}$  calculées par le modèle

Par ce modèle, l'écart entre les deux valeurs est diminué et dans le bon sens d'une part et l'ordre de grandeur obtenu est plus près des données bibliographiques d'autre part. La valeur de  $G_{Ic}$  que l'on retiendra est donc:

$$G_{Ic} = 5,6 J/m^2$$

Cette valeur est très supérieure aux valeurs obtenues par les essais d'indentation au chapitre III. Nous avons déjà discuté des problèmes inhérents à la méthode d'indentation et surtout la perturbation du champ de contraintes lors de la découpe (Guichet, 1998). La détermination de l'énergie de rupture par les essais sur les éprouvettes AG2C ne présente pas cet inconvénient et semble donc plus fiable.

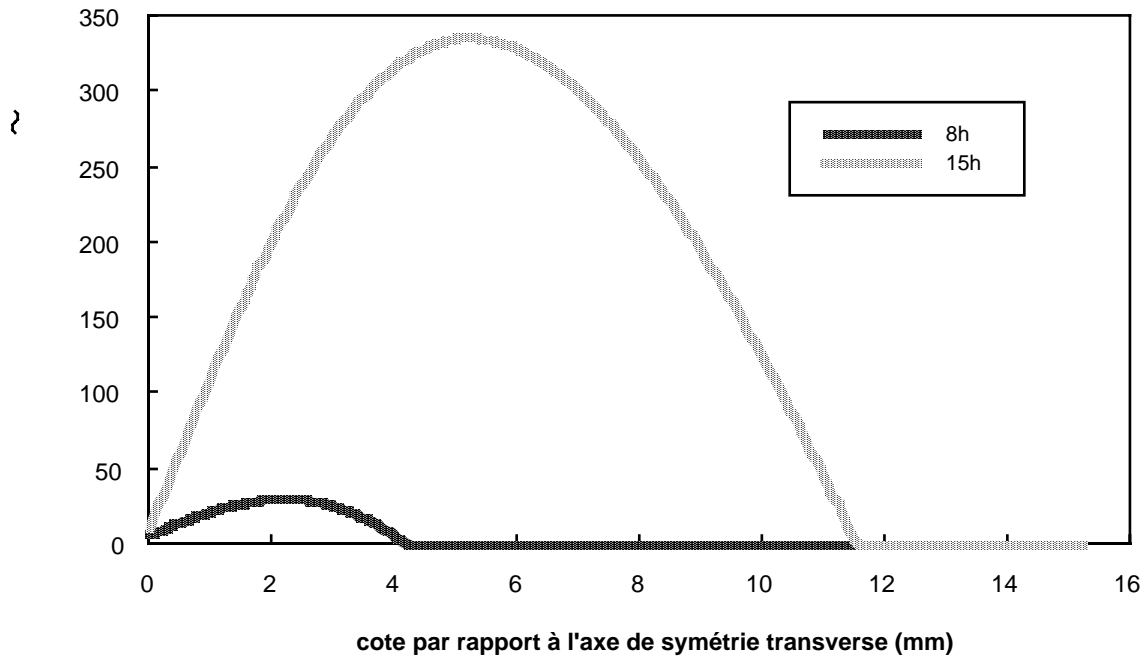


Figure V.77: taux de libération d'énergie effectif tenant compte du report énergétique.

### V.6.3. Etude de la rupture interfaciale ortho-radiale dans une tranche

Considérons une tranche de l'éprouvette AG2C située à la cote  $z$  et d'épaisseur  $dz$ . Nous avons étudié jusqu'à présent l'amorçage du délaminage le long de la génératrice de l'éprouvette. Comme l'explique la figure V.78, sur cette génératrice, à la cote  $z$ , la rupture du maillon le plus faible entraîne également le délaminage de l'interface d'une génératrice adjacente toujours à la cote  $z$ .

A la différence du modèle précédent où nous avons considéré la rupture d'éléments situés sur une même génératrice, nous travaillons à présent dans une tranche sur des éléments situés à la même cote  $z$ . L'élément central 0 est situé sur la génératrice la plus fortement endommagée qui a servi à la modélisation précédente. Il y a de fortes présomptions pour que l'élément 1 casse à la suite de l'élément 0 car il est soumis à la même contrainte normale qui se voit augmenter par un report de charge de l'élément 0. De même, la contrainte ortho-radiale  $\sigma_{\theta\theta}$  subit également un report de charge, ce qui mène à la contrainte notée  $\tilde{\sigma}_{\theta\theta}$  sur le schéma.

L'accroissement de la longueur de fissure dans le sens ortho-radial d'une tranche d'éprouvette a pour conséquence d'abaisser la contrainte critique de flambage. Le délaminage, suivi d'un flambage lorsque la contrainte critique est atteinte, pourrait conduire à l'écaillage observé en particulier sur l'éprouvette vieillie pendant 15h.

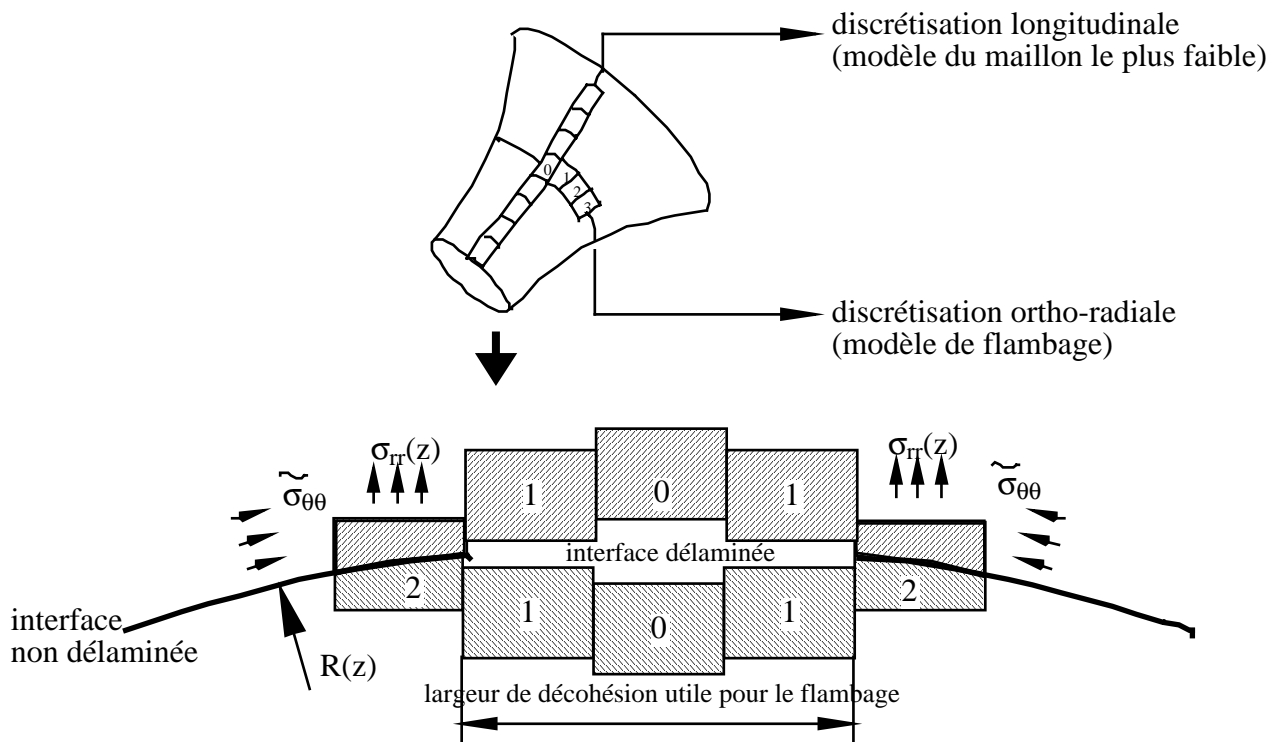


Figure V.78: effet de la rupture du maillon le plus faible sur le reste de la tranche.

#### V.6.3.1. Géométrie du modèle de flambage

Une section de l'éprouvette située à la cote  $z$  est à nouveau discrétisée en cellules élémentaires. Elles sont schématisées sur la figure V.79. Chaque cellule élémentaire sera traitée comme deux milieux semis-infinis séparés par l'interface et contenant une fissure interfaciale de largeur  $\bar{\ell}$  et de longueur infinie.

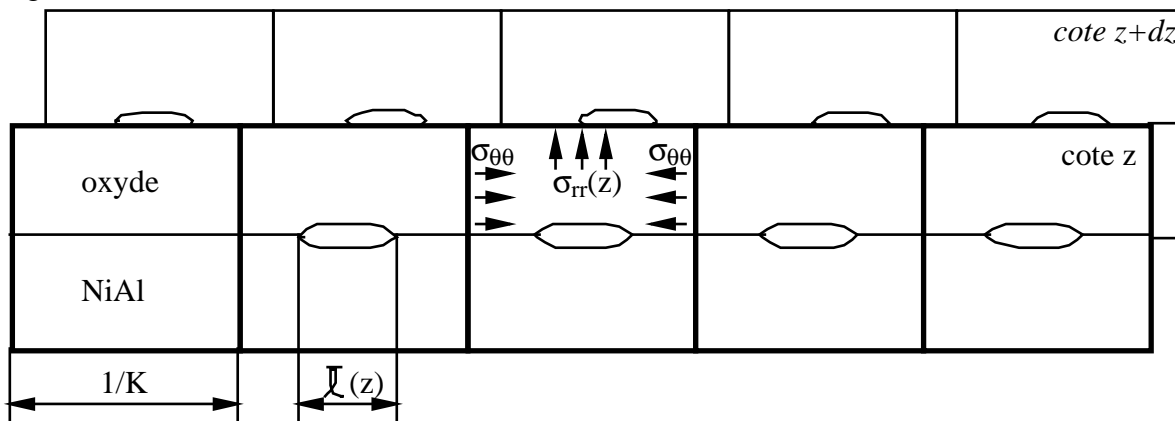


Figure V.79: discrétisation ortho-radiale d'une section transverse d'éprouvette.

On suppose que la rupture de l'élément situé sur la génératrice la plus fortement endommagée entraîne la rupture en cascade des éléments des génératrices adjacentes à la même cote de l'éprouvette. Cela signifie que l'interface représenté sur la figure V.79 va se délaminer rapidement jusqu'à ce que la condition critique de flambage soit atteinte. Chaque élément a une largeur  $\lambda$  constante telle que  $\lambda=1/K$  ( $K$  est la constante de proportionnalité entre la largeur moyenne de cavités et la fraction linéique de cavités); c'est donc la période du schéma qui considère une cellule contenant une et une seule cavité.

### V.6.3.2. Condition d'écaillage par flambage

Reprenons à présent les calculs de l'aire endommagée sur les éprouvettes effectués au paragraphe III.3.3.3.4 et qui sont illustrés par la figure III.28.

D'après les figures III.8 et III.9, il faudrait s'attendre à ce que la condition critique de flambage n'ait pas été atteinte dans le cas d'un vieillissement de 8h, ou tout du moins à peine dans les tranches centrales et que le flambage ait affecté une grande partie de l'éprouvette vieillie pendant 15h.

La contrainte critique de flambage est calculée par l'expression III.3 en utilisant une largeur de décohésion égale à la taille de la zone endommagée donnée par la figure III.28 pour une largeur de discrétisation  $dz=0,05\text{mm}$ .

D'autre part, la contrainte ortho-radiale  $\tilde{\sigma}_{\theta\theta}$  corrigée par le report de charge est déterminée de la manière suivante:

la rupture d'un l'élément de largeur  $\lambda$  situé sur la génératrice la plus fortement endommagée augmente la contrainte ortho-radiale d'une quantité qui dépend du rapport entre  $\lambda$  et le périmètre de la tranche considérée :  $\left(1 + \frac{\lambda}{2\pi R(z)}\right)$ . Cela revient à définir un dommage qui est le rapport entre la taille de la zone délaminée et le périmètre de la section. La contrainte de l'élément de largeur  $\lambda$  est donc répartie sur tout le périmètre de la tranche. Ensuite, la rupture de deux éléments situés de part et d'autre de l'élément central qui a cassé le premier induit un report de charge de la quantité  $\left(1 + \frac{\lambda}{\pi R(z)}\right)$ , jusqu'à ce que la taille de la zone endommagée extrapolée sur la figure III.28 soit atteinte.

La contrainte corrigée  $\tilde{\sigma}_{\theta\theta}$  qui existe lorsque le délaminage affecte une largeur égale à la taille de la zone endommagée est alors donnée par l'expression suivante:

$$\tilde{\sigma}_{\theta\theta} = \left(1 + \frac{\lambda}{2\pi R(z)}\right) \left(1 + \frac{\lambda}{\pi R(z)}\right)^{\frac{N-1}{2}} \sigma_{\theta\theta \text{ init}} \quad \text{V.84}$$

où  $N$  est le nombre de cellules de largeur  $\lambda$  contenues dans la zone endommagée;  
 $\sigma_{\theta\theta \text{ init}}$  est la contrainte ortho-radiale initiale avant tout délaminage.

La figure V.80 montre, en fonction de la cote de l'éprouvette et pour chaque temps de vieillissement, la contrainte critique de flambage et la contrainte ortho-radiale corrigée.

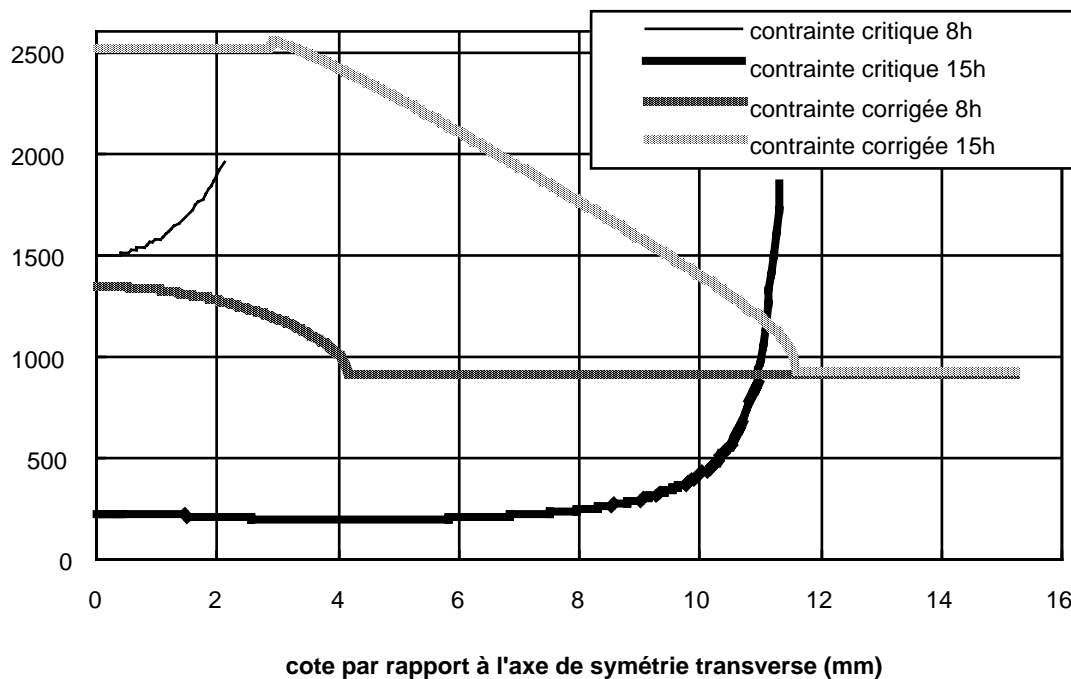


Figure V.80: contraintes ortho-radiales critiques de flambage et contraintes corrigées par un report de charge.

Il apparaît dans le cas de l'éprouvette vieillie pendant 8h que la contrainte corrigée n'atteint jamais la contrainte critique. Il n'y aurait donc jamais de flambage, ce qui est proche de l'observation de la figure III.8 qui ne montre qu'un écaillage extrêmement limité. En revanche, la figure V.80 prédit un écaillage de l'éprouvette vieillie pendant 15h jusqu'à la cote  $z=11,5\text{mm}$ , ce qui est très proche des mesures expérimentales de la figure III.23

En conclusion, ce modèle de flambage permet de valider les extrapolations tridimensionnelles des zones endommagées à partir d'observations en coupe. Les contours de zones endommagées choisis permettent assez bien de prévoir l'écaillage qui résulte du flambage de la zone délaminée. Les contours pourraient être corrigés en considérant des largeurs plus grandes dans le cas de l'éprouvette vieillie pendant 8h et des largeurs moins grandes pour l'éprouvette vieillie 15h.

Les concepts introduits dans ce paragraphe V.6 ont donc montré quelle pouvait être une exploitation quantitative des essais sur les éprouvettes AG2C en introduisant un mécanisme de délaminage induit par les contraintes normales et un mécanisme de flambage induit par les contraintes ortho-radiales lorsque la taille de la zone délaminée devient assez grande.

#### **V.6.4. Identification des composantes du tenseur des contraintes morphologiques**

Connaissant l'énergie de rupture interfaciale, il nous est possible, en utilisant les résultats des oxydations statiques des éprouvettes AG2C pendant 172h et 240h d'identifier un ordre de grandeur des contraintes morphologiques.

On rappelle que l'éprouvette oxydée pendant 172 heures s'est écaillée à la sortie du four. Les contraintes morphologiques (qui prédominent à haute température) était donc insuffisante pour délaminer l'interface mais les contraintes thermiques générées au refroidissement ont dépassé la valeur critique.

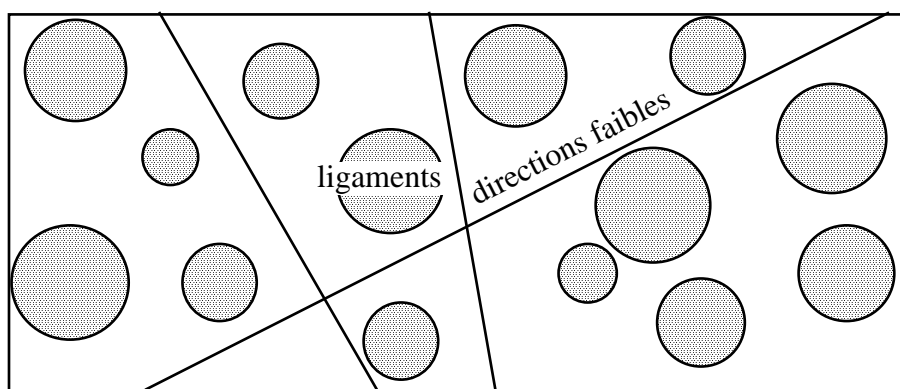
L'éprouvette oxydée pendant 240h s'est écaillée dans le four de telle sorte que les contraintes morphologiques ont dépassé la valeur critique.

L'endommagement interfacial de ces deux éprouvettes est montré par la topologie des éclats des figures III.15 et III.16.

D'après la figure III.15, la surface de contact entre l'alumine et la sous-couche est constituée par des ligaments circulaires de 5 à 10  $\mu\text{m}$  de diamètre. Nous choisirons 7,5 $\mu\text{m}$  pour le diamètre moyen des ligaments de l'éprouvette vieillie pendant 240h. Dans le cas de l'éprouvette vieillie pendant 172h, le diamètre moyen des ligaments est 12,5 $\mu\text{m}$ .

Soit  $a_{172}$  et  $a_{240}$  les rayons respectifs des ligaments.

Les modèles de mécanique de la rupture qui ont été utilisés précédemment ne sont plus applicables ici car il semble que la fraction surfacique de cavités soient si grande qu'il est possible de trouver au moins une direction qui n'intercepte aucun ligament restant (figure V.81). Ce problème risque toujours de survenir lorsque la taille des cavités devient très grande.



**Figure V.81 :** schématisation de la surface de contact entre l'alumine et la sous-couche pour des temps d'oxydation longs.

Nous avons donc choisi d'utiliser une formulation de mécanique de la rupture interfaciale qui décrit le cas de deux fissures semi-infinies interfaciales séparées seulement par un ligament de matière de largeur  $2a$  et de longueur infinie (Annexe 4). Cette solution n'est pas tout à fait conforme à notre configuration puisqu'il serait plus indiqué d'introduire un ligament restant circulaire mais elle reste

toutefois cohérente avec la formulations utilisées pour l'identification de l'énergie de rupture interfaciale.

Le taux de libération d'énergie est donnée par:

$$G = \frac{1}{16\pi a} \left( \frac{1 + \eta_1}{\mu_1} + \frac{1 + \eta_2}{\mu_2} \right) P^2 \quad \text{V.85}$$

où  $a$  est la demi-largeur du ligament;

$\mu_i$  et  $\eta_i$  ont été définis précédemment;

$P$  est la force de tension qui s'applique sur le ligament.

La force  $P$  doit être calculée en tenant compte du dommage interfacial. Nous supposons que la force qui s'applique sur une interface parfaite, sans cavité, est constante et qu'elle s'applique aux ligaments de matière restant lorsque le dommage augmente. Cela revient à corriger la contrainte normale  $\sigma_{rr}$  par la variable de dommage.

Nous supposons de plus que le tenseur des contraintes morphologiques est constant. Ainsi, les critères d'identification des composantes du tenseur des contraintes morphologiques sont les suivants:

$$G(\sigma_{\text{morph},rr}, a_{172}) < G_{Ic} \quad \text{V.86}$$

$$G(\sigma_{\text{morph},rr}, a_{240}) > G_{Ic} \quad \text{V.87}$$

$$G(\sigma_{\text{morph},rr} + \sigma_{th,rr}, a_{172}) > G_{Ic} \quad \text{V.88}$$

Les résultats du calcul sont reportés dans le tableau V.8. La composante longitudinale du tenseur des contraintes morphologiques peut alors être calculée par l'expression V.55.

temps (h)	$a$ ( $\mu\text{m}$ )	$\sigma_{\text{morph},rr}$ (MPa) (ajustée)	$\sigma_{th,rr}$ (MPa)	$G$ ( $\text{J/m}^2$ )
172	12,5	4,7	0	3,073
172	12,5	4,7	25,9	32,56
240	7,5	4,7	0	5,12

**Tableau V.8:** Valeurs des contraintes morphologiques.

Puisque  $G_{Ic} = 5,6 \text{ J/m}^2$ , il apparaît donc qu'une valeur  $\sigma_{\text{morph},rr} = 4,7 \text{ MPa}$  conduisent aux phénomènes observés expérimentalement.

## V.7. Généralisation

### V.7.1. Etat de contrainte dans les différentes conditions étudiées.

La discussion nous a permis d'identifier les facteurs à l'origine de contraintes dans le système barrière thermique. Ainsi nous avons quantifié les contraintes d'origine thermique qui étaient développées lors d'un refroidissement de 1100°C à la température ambiante à four coupé ainsi que pendant les essais de fatigue isotherme ou anisotherme et après ces essais.

Les contraintes ayant pour origine la croissance de la couche d'oxyde ont également été calculées dans le cas d'un échantillon plan oxydé en conditions statiques pendant 64h. Nous avons extrapolé le résultat à tout instant en supposant que les contraintes de croissance sont proportionnelles à l'épaisseur d'oxyde formé. Nous obtenons donc une expression de la contrainte de croissance qui dépend de l'épaisseur d'alumine.

L'épaisseur d'alumine mesurée dans des conditions d'oxydation isotherme statique ou dynamique a elle-même été corrélée à la courbure macroscopique du substrat. L'activation de la cinétique de croissance en présence d'un rayon de courbure convexe (de type cylindre) est due aux contraintes ortho-radiales de croissance qui induisent une composante radiale de dépression hydrostatique à l'interface. Sur un substrat plan, les contraintes tangentiels de croissance n'induisent pas de contraintes normales si bien que la cinétique de croissance n'est pas activée. L'activation de la cinétique en présence d'un rayon de courbure concave (type hyperboloïde parabolique) a été entièrement attribuée à la présence de la couche de zircone colonnaire. C'est donc un effet inhérent aux barrières thermiques EBPVD. La flexion forcée de la couche de zircone induit également une contrainte radiale à l'interface qui tend à décoller les oxydes de la sous-couche. Les contraintes ortho-radiales et longitudinales n'en sont pas affectées.

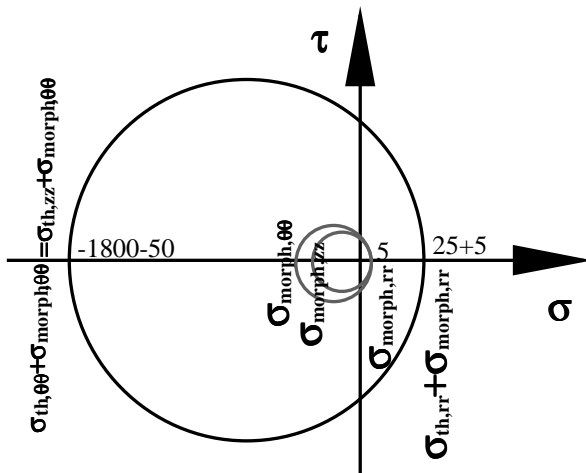
Les contraintes radiales de croissance et la composante ayant pour origine la convexité du substrat sont regroupées dans un terme générique exprimé en fonction des rayons de courbure concave et convexe du substrat. C'est le tenseur  $\sigma_{\text{morph}}$  de l'expression V.54.

Les figures V.82 à V.85 permettent de visualiser l'allure des états de contraintes dans la couche d'alumine pour les composantes (zz) et ( $\theta\theta$ ) et à l'interface pour la composante (rr), dans les cas étudiés. Les chiffres qui sont indiqués au-dessus de l'axe  $\sigma$  sont des ordres de grandeur de la contrainte correspondante, issus des calculs des paragraphes V.2 à V.4.

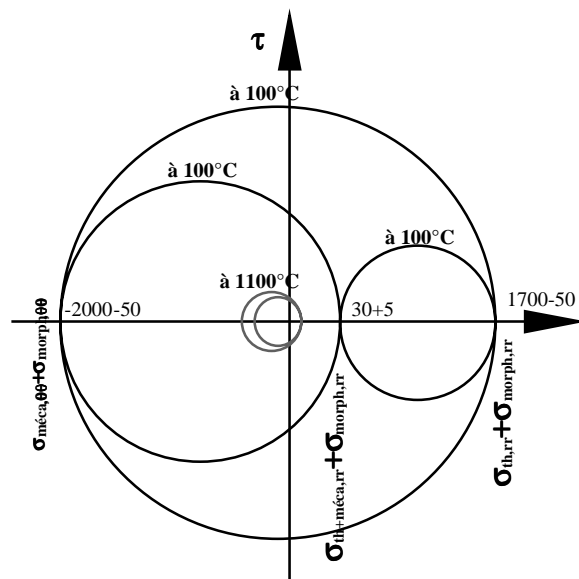
La figure V.82 représente l'état de contrainte d'une éprouvette brute d'élaboration ou d'un cylindre et d'une éprouvette AG2C après un vieillissement statique. L'état à 1100°C est en traits pointillés et l'état à 25°C en traits pleins. Nous avons supposé que les contraintes d'origine thermique



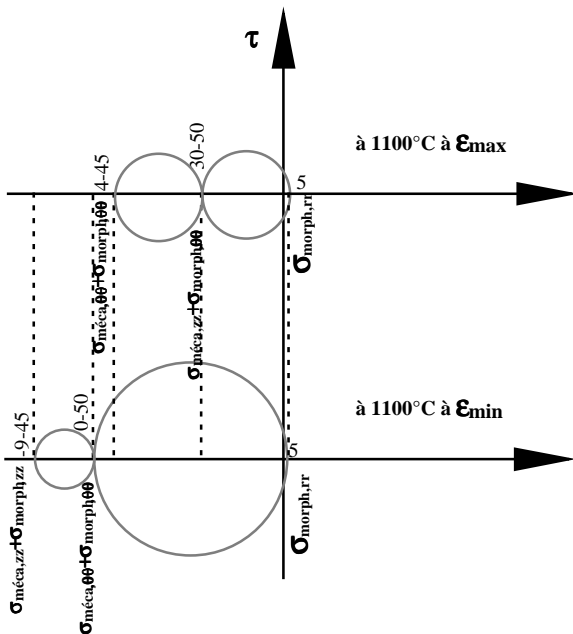
longitudinales et ortho-radiales sont égales même avec un substrat courbe. Les cercles de Mohr dans les plans  $(\bar{u}_r, \bar{u}_\theta)$  et  $(\bar{u}_r, \bar{u}_z)$  sont donc confondus.



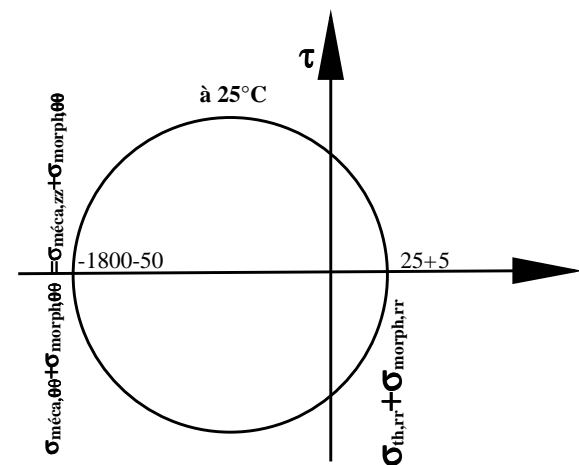
**Figure V.82:** état de contrainte d'une éprouvette à 25°C (traits continus) après un refroidissement à four coupé depuis 1100°C (traits pointillés)



**Figure V.83:** état de contrainte en fatigue mécano-thermique. A 1100°C en pointillés et à 100°C en trait continu.



**Figure V.84:** état de contrainte pendant l'essai de fatigue oligocyclique isotherme à 1100°C. A déformation mécanique maximale en haut et à déformation mécanique minimale en bas.



**Figure V.85:** état de contrainte après l'essai de fatigue oligocyclique isotherme au retour à 25°C.

La figure V.83 représente l'état de contrainte en fatigue mécano-thermique à deux instants du cycle: pendant le palier à 1100°C et au refroidissement à déformation mécanique maximale à 100°C. Le calcul des contraintes dans le cas d'une sollicitation thermique et mécanique combinée a été

conduit en partant des conditions initiales relatives à l'état d'une éprouvette brute d'élaboration à 100°C. Celle-ci subit ensuite une sollicitation thermique pure qui amène à de nouvelles conditions initiales pour le calcul des contraintes en sollicitation thermique et mécanique combinée.

Il s'avère que les contraintes d'origines thermique et mécanique sont presque entièrement relaxées pendant le palier à 1100°C et seules subsistent donc les contraintes morphologiques qui sont orthotropes autour de l'axe  $\bar{u}_r$ . Le petit cercle en traits pointillés représente cet état de contrainte. Au refroidissement, l'état de contrainte devient fortement triaxial à cause de la déformation mécanique. Les contraintes de traction longitudinales dans l'alumine atteignent des valeurs très élevées mais il faut aussi remarquer la grande amplitude du cisaillement  $\tau_{z\theta}$ .

La figure V.84 présente l'état de contrainte d'une éprouvette de fatigue oligocyclique isotherme au cours de l'essai à 1100°C et en deux instants du cycle: à déformation mécanique maximale (schéma du haut) et à déformation mécanique minimale (schéma du bas). Les contraintes d'origine mécanique sont faibles et se superposent aux contraintes morphologiques. Un état de contrainte beaucoup plus pénalisant (figure V.85) se développe au refroidissement de l'éprouvette après l'essai, d'autant que cet état s'applique sur un système fortement endommagé par la sollicitation. L'état de contrainte devient orthotrope et comparable à celui de la figure V.83.

### **V.7.2. Endommagement en oxydation isotherme statique**

L'oxydation isotherme statique peut être décomposée en deux étapes.

- **Première étape:** au cours de la première étape à haute température, le système s'endommage sous l'effet des contraintes morphologiques. Cela se traduit par la croissance activée ou non de la couche d'alumine et par la formation de cavités interfaciales ou incluses. La figure V.86 schématise l'allure de la dégradation dans une diagramme donnant l'épaisseur d'alumine en fonction du temps d'oxydation. L'épaisseur d'alumine dépend de la courbure du substrat. (expression V.51).

Sur cette figure nous n'avons volontairement pas reporté de valeurs numériques car celles-ci dépendent de la géométrie du substrat.

Le premier état d'endommagement correspond aux éprouvettes AG2C vieilles jusqu'à 15h et à tous les échantillons plans. On observe la formation de cavités interfaciales dont la taille et la quantité dépendent de la courbure du substrat. La relation V.64 permet de traduire cette dépendance. Quelques cavités incluses sont également présentes mais en nombre assez réduit.

Le deuxième état d'endommagement concerne l'éprouvette AG2C vieillie pendant 172h (voir figure III.16). La morphologie des surfaces de l'éprouvette écaillée à la sortie du four et de l'éclat montre que la couche d'alumine est très ondulée côté sous-couche à cause des cavités interfaciales. D'autre part, cette couche comporte à présent une densité très importante de cavités incluses.

Le troisième état correspond à l'éprouvette AG2C vieillie pendant 240h (voir figure III.14). L'ondulation de la couche d'alumine côté sous-couche s'est accentuée davantage et de très grosses cavités pouvant résulter de la coalescence du nombre sans cesse croissant de cavités incluses

apparaissent dans les dômes d'alumine. Puisque cette éprouvette s'est écaillée dans le four de traitement thermique, les contraintes morphologiques sont suffisantes pour délaminer l'interface alumine-sous-couche et probablement écailler la zircone par flambage après le développement d'une surface délaminée assez grande.

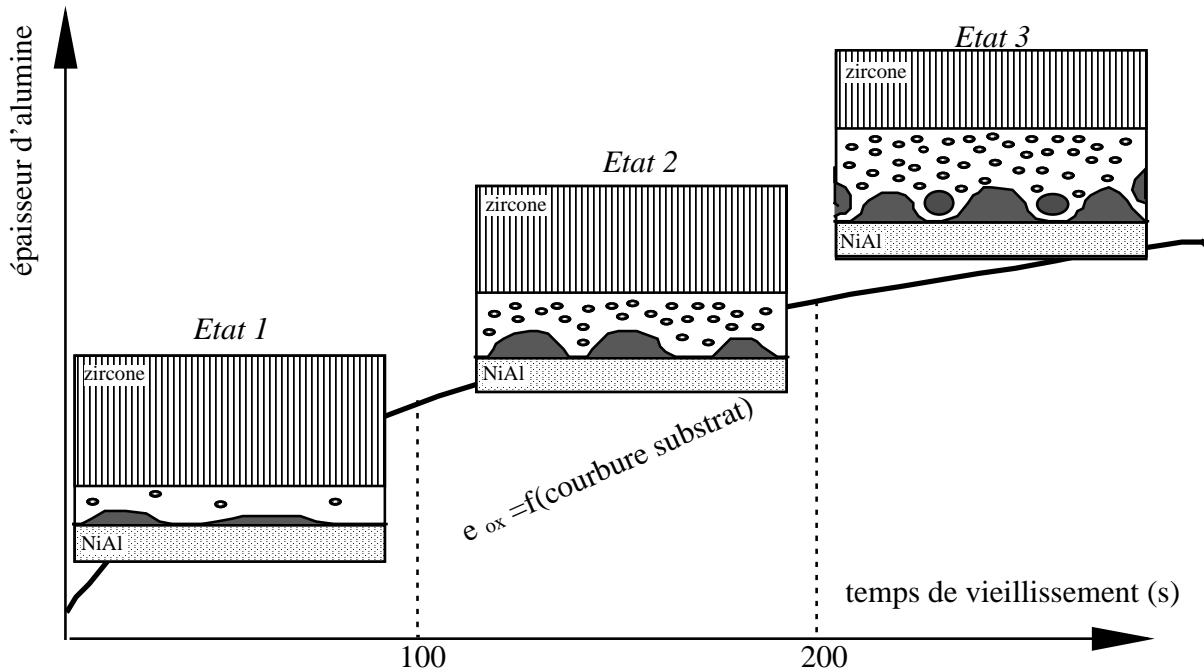


Figure V.86: allure de l'endommagement du système en conditions d'oxydation statique isotherme.

- Seconde étape: après le vieillissement, le retour à température ambiante développe l'état de contrainte le plus sévère (voir cercle de Mohr de la figure V.83), qui s'applique de surcroît à une couche d'alumine très endommagée par des cavités incluses et interfaciales. L'état de contrainte est alors suffisant pour écailler le deuxième état d'endommagement mais pas le premier (car sur les éprouvettes AG2C, le délaminage provoque le flambage et donc l'écaillage).

Dans le premier état d'endommagement, le délaminage est provoqué par la traction monotone à température ambiante ce qui nous a permis de calculer l'énergie de l'interface alumine/sous-couche ( $G_{ic}=5,6 \text{ J/m}^2$ ).

### V.7.3. Endommagement en oxydation isotherme couplée à la déformation mécanique

Nous distinguons deux caractéristiques d'endommagement du système:

1- l'endommagement volumique qui se traduit par la fissuration transverse, l'augmentation de l'épaisseur d'alumine ou la cavitation interfaciale et incluse. L'endommagement volumique sera décrit par la figure V.87;

2- l'endommagement interfacial qui se traduit par le délaminage ou l'écaillage. Il sera discuté en s'appuyant sur la figure V.88.

### V.7.3.1. Endommagement volumique

Les cinq conditions expérimentales appliquées en fatigue oligocyclique isotherme sont représentées sur la figure V.87. Le paramètre temps n'apparaît pas dans cette représentation si bien que les essais conduits jusqu'à la durée de vie et les essais à demi-durée de vie ne peuvent pas être distingués. La présence éventuelle d'un délaminage, qui dépend du temps, sera discutée dans le paragraphe suivant consacré à l'endommagement interfacial.

L'endommagement en volume d'un essai à durée de vie n'est que le stade plus avancé de l'endommagement à demi-durée de vie et les mécanismes que nous allons décrire sont les mêmes pour les deux durées.

En revanche, le temps intervient indirectement dans le diagramme par l'intermédiaire de l'amplitude de déformation mécanique. Les durées de deux essais conduits jusqu'au même critère, selon le même cycle mécanique, sont d'autant plus longues que l'amplitude de déformation est faible. Ainsi, le diagramme montre de manière générale, que l'épaisseur d'alumine est plus importante à faible amplitude de déformation mécanique.

D'après les résultats établis au paragraphe V.5.3.1, la cinétique de croissance de l'oxyde n'est pas affectée par la forme du cycle étant donné les valeurs de contraintes qui en résultent.

L'épaisseur d'oxyde en fatigue oligocyclique est donc exprimée par l'expression V.51.

En cycle 'maint.comp.' (maintien en compression de 5 minutes), nous n'avons pas exploré la faible amplitude de déformation. A forte amplitude, l'état de dégradation extrême de l'éprouvette au droit de sa rupture ne nous a pas permis d'identifier tous les mécanismes d'endommagement. Cependant, la fissuration transverse de la sous-couche est très marquée. Le substrat a une forte influence sur la ruine du système ce qui conduit d'ailleurs à la rupture de l'éprouvette. La propagation de fissures amorcées sur des porosités du substrat est tout à fait favorisée par la contrainte moyenne positive qui se développe dans le substrat après le maintien en compression (voir les boucles contraintes-déformation du chapitre 4). Dans les couches de la barrière thermique, le calcul du paragraphe V.2 a montré que les contraintes sont de l'ordre de  $\pm 30\text{MPa}$  (figure V.26) dans la sous-couche. Les fissures dans la sous-couche pourraient donc provenir de la fatigue de NiAl à  $1100^\circ\text{C}$ .

En cycle triangle, des fissures amorcées sur des pores du substrat débouchent à la surface des éprouvettes. Là encore, on teste la résistance à la fatigue du substrat. Quelle que soit l'amplitude de déformation, des cavités interfaciales apparaissent en nombre important et des cavités incluses en quantité plus minoritaire.

La fraction linéique de cavités, c'est à dire le dommage interfacial, est exprimée par la relation V.64.

En cycle 'maint.tens.' (maintien en tension de cinq minutes), la fraction linéique de cavités est également exprimée par la relation V.64. Pour ce cycle, la fissuration du substrat n'est plus le paramètre le plus endommageant puisque la contrainte moyenne négative n'est certainement plus

suffisante pour fissurer rapidement le substrat. Ainsi les essais durent plus longtemps et la dégradation de la barrière thermique n'en est qu'accrue. A faible amplitude de déformation, nous n'avons pas pu examiner la couche d'alumine en coupe mais sa surface côté sous-couche est très ondulée. En revanche à forte amplitude de déformation, il existe de nombreuses cavités incluses qui se prolongent par oxydation dans la sous-couche. Les cavités interfaciales sont très nombreuses et de très petite taille.

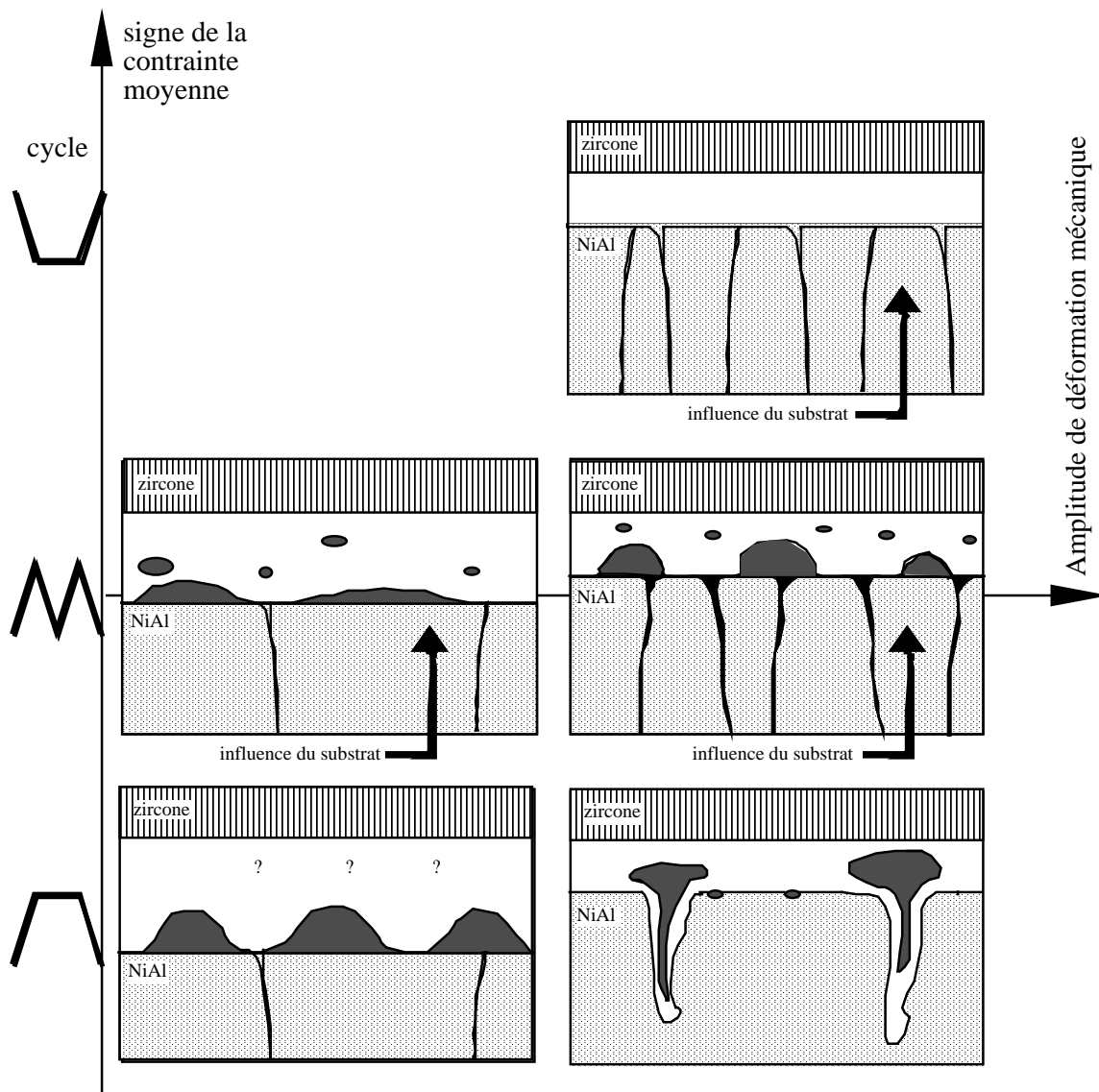
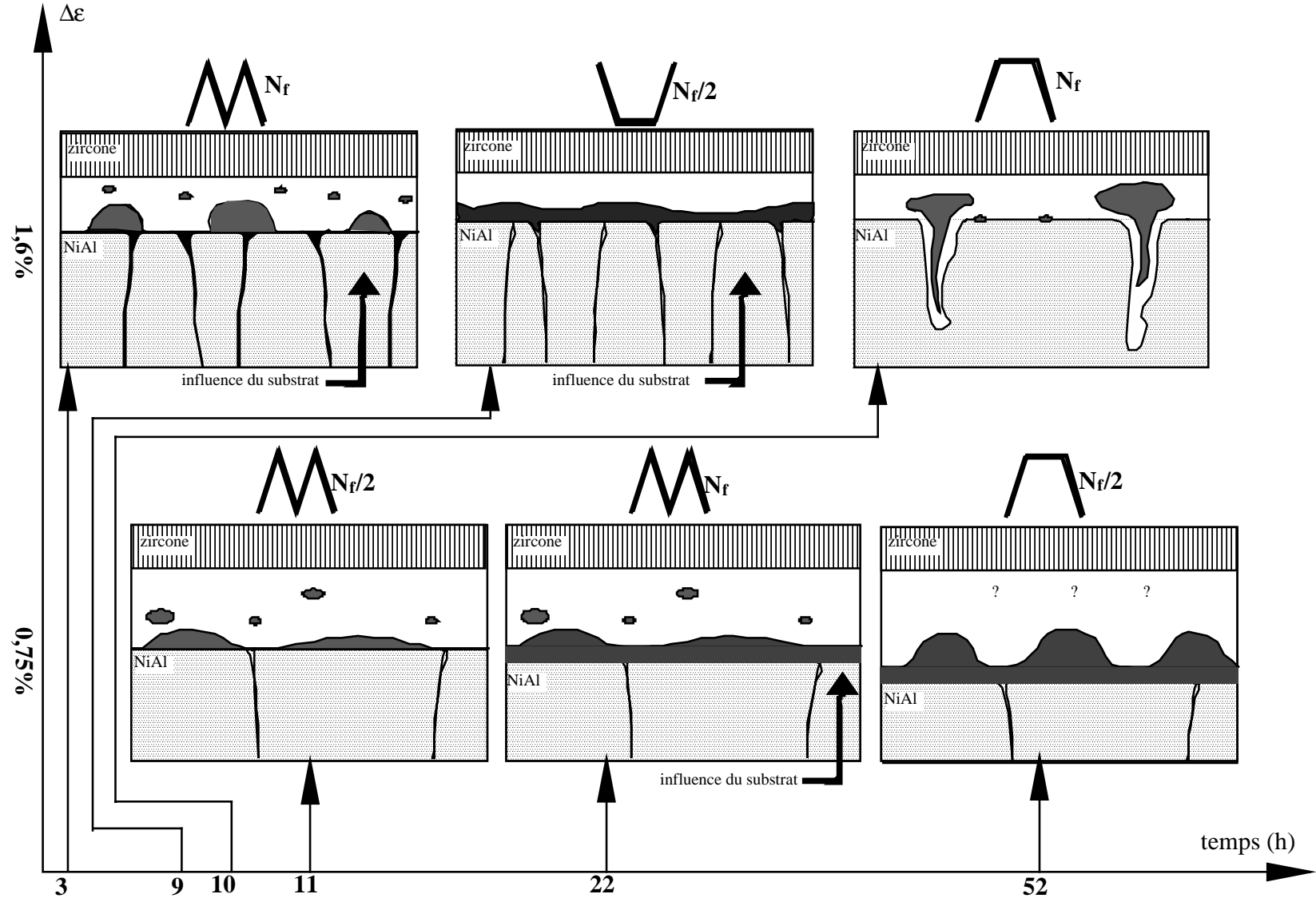


Figure V.87: allure de l'endommagement en fonction du cycle et de l'amplitude de déformation mécanique.

Figure V.88: allure de l'endommagement en fonction de l'amplitude de déformation mécanique et du temps.



### V.7.3.2. Endommagement interfacial

La figure V.88 illustre les constatations suivantes.

Dans certains cas, la barrière thermique est délaminée à l'interface alumine/sous-couche à l'issue de l'essai. Ce délaminage doit nécessairement se produire au refroidissement à la fin de l'essai. En effet, si le délaminage survenait en cours d'essai, la sous-couche serait immédiatement réoxydée et on aurait l'impression que le mécanisme de rupture est cohésif, bien qu'il soit en réalité adhésif. Or les micrographies montrent bien un délaminage adhésif à l'interface alumine/sous-couche, ce qui prouve que la rupture a lieu à la fin de l'essai.

Les contraintes morphologiques ajoutées aux contraintes mécaniques ont donc pour seul effet de fatiguer la sous-couche et de développer la couche d'alumine et ses défauts.

En revanche les contraintes thermiques sont suffisantes pour atteindre les valeurs critiques de délaminage, en particulier après un essai à faible amplitude de déformation mécanique.

### **V.7.4. Endommagement en oxydation anisotherme couplée à la déformation mécanique**

#### V.7.4.1. Généralités

Les observations réalisées sur les éprouvettes de fatigue mécano-thermiques ont mis en évidence deux phénomènes propres à cet essai où la température et la déformation mécanique varient simultanément:

- la cinétique d'oxydation est fortement activée et n'est plus régie par la loi V.51 en fonction de la seule courbure du substrat;
- de nombreuses cavités incluses apparaissent et croissent de telle sorte que les plus anciennes, qui sont les plus proches de la couche de zircone, coalescent et induisent une rupture adhésive très près de l'interface alumine-zircone.

Le calcul des contraintes locales dans les couches lors d'un essai de fatigue mécano-thermique a montré que celles-ci sont presque entièrement relaxées pendant le palier de cinq minutes à 1100°C à déformation mécanique maximale et que l'on développe un état de contrainte fortement triaxial au refroidissement à 100°C à déformation mécanique maximale également (voir cercles de Mohr). Ces deux instants du cycle sont les plus importants vis à vis des mécanismes d'endommagement.

A 1100°C, tout se passe comme si l'éprouvette subissait une oxydation statique isotherme. Mais à chaque fin de cycle, au retour à 100°C, l'éprouvette subit une traction à basse température qui est assimilable à un essai sur une éprouvette AG2C, mais qui s'applique bien sûr à un matériau qui n'est pas endommagé de la même manière en raison de la différence d'histoire entre les éprouvettes AG2C et les éprouvettes de fatigue mécano-thermique.

Nous allons modéliser de manière quantitative l'activation de la cinétique d'oxydation en fatigue mécano-thermique et expliquer qualitativement les raisons de l'écaillage observé près de l'interface alumine-zircone.

#### V.7.4.2. Tentative d'application des lois d'oxydation isotherme à l'essai anisotherme

En supposant que l'oxydation à 1100°C soit assimilable à une oxydation isotherme sur une éprouvette cylindrique de rayon  $R=5,5\text{mm}$ , la loi d'oxydation donnée par l'expression V.53 a pour expression numérique:

$$e_{\text{ox}}^2 - e_{\text{ox}}^2(t=0) = 5,4 \cdot 10^{-5} t_{1100} \quad \text{V.89}$$

où  $t_{1100}$  est le temps en seconde passé par l'éprouvette aux paliers;

$e_{\text{ox}}(t=0)$  est l'épaisseur d'oxyde d'une éprouvette brute.

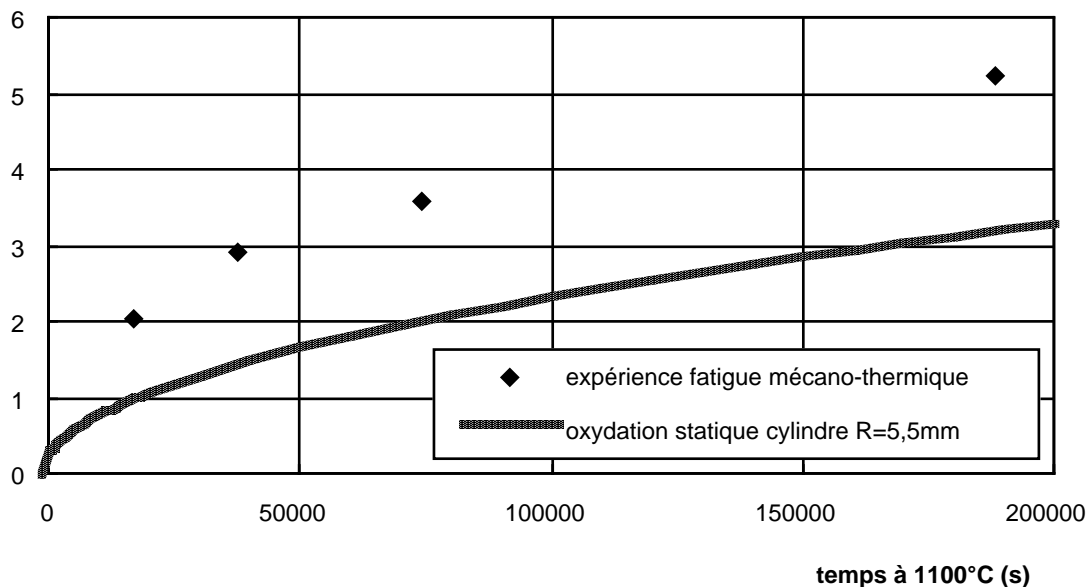
D'autre part, la formation de cavités interfaciales doit également être régie par la loi donnée par l'expression V.64 valable pour toutes les conditions d'oxydation statique.

La fraction linéique de cavités interfaciales se déduit de la loi d'oxydation V.89 et l'on obtient:

$$f = 1,566 \cdot 10^{-5} t_{1100}^{0,41} \quad \text{V.90}$$

La largeur moyenne des cavités pour une fraction linéique inférieure à 50% se déduit de l'expression V.64.

La figure V.89 compare les valeurs d'épaisseur d'alumine obtenues par cette loi aux valeurs expérimentales. Outre l'effet du rayon de courbure de l'éprouvette, d'autres mécanismes doivent être à l'origine de l'activation de la cinétique d'oxydation.



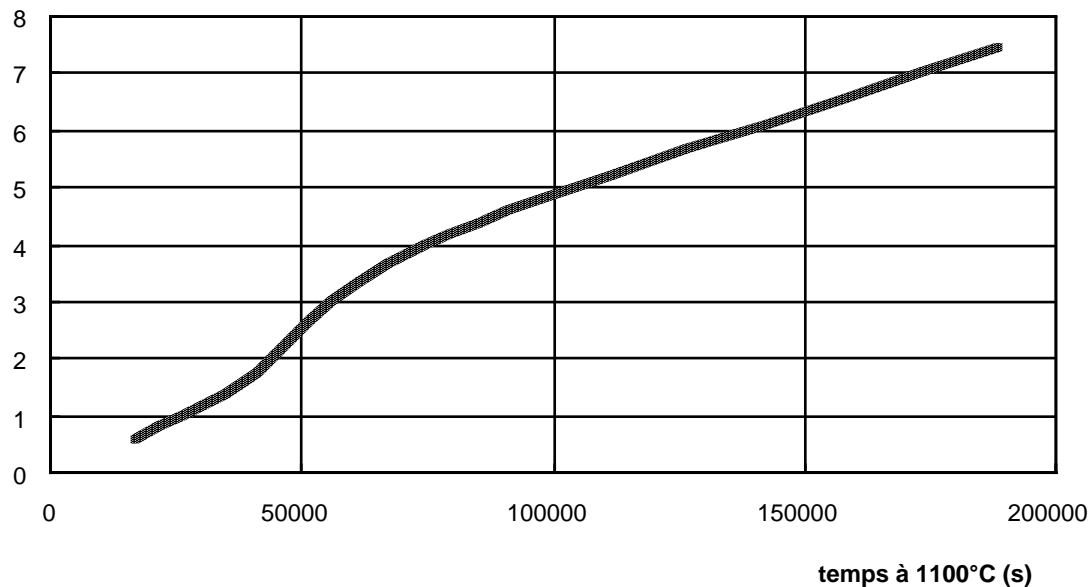
**Figure V.89:** comparaison de l'épaisseur d'oxyde mesurée expérimentalement sur les éprouvettes de fatigue mécano-thermique et de l'épaisseur calculée pour l'oxydation statique d'un cylindre de rayon 5,5mm.

Puisque l'éprouvette subit une traction à chaque cycle, l'interface est soumise à une contrainte normale donnée par la figure V.36 qui varie de 24MPa au début de l'essai à 29MPa pour une



épaisseur d'oxyde de  $15\mu\text{m}$ , qui est l'épaisseur d'oxyde maximale mesurée sur l'éprouvette sollicitée pendant 628 cycles (essai le plus long).

La figure V.90 donne l'évolution de la fraction linéique de cavités en fonction du temps passé à  $1100^\circ\text{C}$ .



**Figure V.90:** évolution de la fraction linéique de cavités interfaciales lors de l'oxydation isotherme d'un cylindre de rayon  $5,5\text{mm}$ .

La fraction linéique de cavités interfaciales est extrêmement faible et c'est pourquoi elles n'apparaissent quasiment pas sur les micrographies.

A l'aide du modèle du maillon le plus faible, développé au paragraphe V.6.2.2 et avec la valeur de l'énergie d'interface qui y a été calculée, le taux de libération d'énergie développé par les conditions de l'essai le plus long (628 cycles,  $\sigma_{\text{II}}=29\text{MPa}$ ,  $e_{\text{ox,max}}=15\mu\text{m}$ ,  $f=7,57\%$  et  $\bar{\ell}=1,4\mu\text{m}$ ) est  $G=0,91\text{J/m}^2$ . La condition de délaminage n'est donc jamais atteinte et à plus forte raison la condition de flambage n'est jamais atteinte.

Des délaminages successifs, qui mettraient la sous-couche à nu, permettant de réinitialiser la cinétique d'oxydation, ne peuvent donc pas expliquer l'activation de la cinétique d'oxydation.

#### V.7.4.3. Modèle de microfissuration de la couche d'alumine.

#### V.7.4.3.1. Position du problème

Lorsque la couche d'alumine croît à 1100°C, des microdéfauts y sont créés. Ils peuvent avoir des origines diverses: microporosités dues à une incohérence entre les grains d'alumine, microfissures dues aux contraintes de croissance. Pour Schütze (1997), le comportement des couches minces d'oxyde diffère du comportement des oxydes massifs principalement à cause de la taille de grains beaucoup plus petite dans le premier cas. Les conséquences sur la plasticité de l'oxyde sont importantes à haute température. A basse température, une microfissuration intergranulaire peut se produire sous l'effet de contraintes de traction ou de contraintes de cisaillement.

Pour montrer que la sollicitation subie par les éprouvettes de fatigue mécano-thermique peut activer un mécanisme de rupture de l'oxyde, nous utilisons une carte donnant les mécanismes d'endommagement en fonction de la contrainte appliquée, établie par Gandhi et Ashby (1979) (figure V.91).

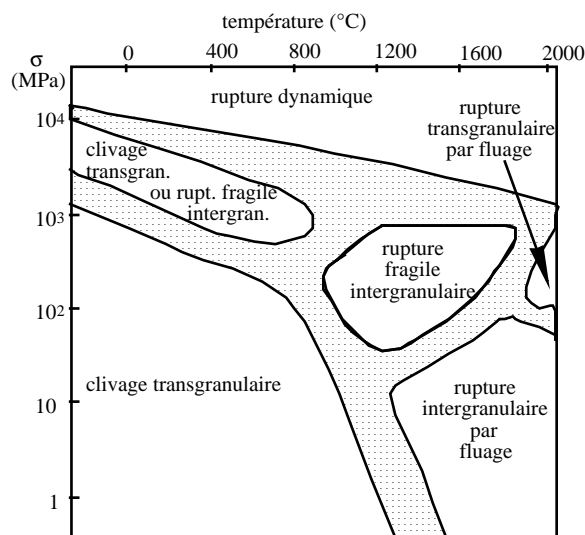


Figure V.91: carte des mécanismes de rupture de l'alumine massive de taille de grains 10µm.

La contrainte longitudinale à 100°C a été calculée au paragraphe V.2.6.4, figure V.23 et atteint 1700MPa. La rupture par clivage transgranulaire ou par rupture fragile intergranulaire peut donc avoir lieu.

Schütze (1997) remarque que les oxydes sont particulièrement sujets à la microfissuration intergranulaire. Les microfissures seront orientées principalement perpendiculairement à la direction de la charge.

La fissuration transverse des couches d'oxyde a été étudiée par Hancock et Nicholls (1988). Ces auteurs montrent que la taille d'un défaut sur lequel s'amorce une fissuration transverse est de l'ordre de 80% de l'épaisseur du film d'oxyde. La théorie de la fissuration transverse a été introduite au début du chapitre II. Le paragraphe II.1.4. évoque des travaux de Thouless (1990) qui établissent que la densité de fissures transverses dans un film dépend de la contrainte appliquée, de l'épaisseur et de la ténacité du film. Ce concept de multifissuration va être appliqué au cas de la fatigue mécano-thermique pour modéliser l'évolution de la couche d'alumine.

#### V.7.4.3.2. Principe théorique du modèle

La théorie présentée par Thouless (1990) décrit la propagation d'une fissure transverse dans un film déposé sur un substrat semi-infini. Le problème de l'amorçage des fissures n'est pas traité. Seule la propagation d'un défaut d'une taille nulle jusqu'à l'épaisseur du film, supposée constante, est considérée.

Les propriétés du film et du substrat sont supposées identiques, le problème qui tient compte de deux milieux différents est d'après l'auteur, d'une très grande complexité et n'a pas été publié (Beuth, Hutchinson, travaux non publiés).

La contrainte critique qui provoque la propagation à travers tout le film, d'une fissure unique débouchante à la surface libre du film est donnée par l'expression V.91. Elle résulte de l'intégration de l'énergie de rupture à travers toute l'épaisseur du film et de ce fait, tient compte de la variation de complaisance lors de l'avancée de la fissure.

$$\sigma_{cr} = \frac{0,7K_{Ic,ox}}{\sqrt{e_{ox}}} \quad V.91$$

où  $K_{Ic,ox}$  est la ténacité de la couche d'alumine;  
 $e_{ox}$  est l'épaisseur d'alumine.

Cette expression suppose que le facteur d'intensité de contrainte vérifie la relation  $K/(\sigma\sqrt{e_{ox}}) = 1,41$ . Si nous voulons tenir compte de la présence de la zircone au-dessus de l'alumine, il faut plutôt se placer dans le cas d'une fissure non débouchante, de telle sorte que l'expression V.91 doit être corrigée d'un facteur 1,12.

L'expression V.92 sera donc utilisée comme condition de fissuration transverse de toute la couche d'alumine en négligeant la variation d'épaisseur d'alumine pendant la propagation.

$$\sigma_{cr} = \frac{0,79K_{Ic,ox}}{\sqrt{e_{ox}}} \quad V.92$$

D'autre part, Thouless, Olson et Gupta (1992) montrent que l'énergie du système n'est pas minimale lorsqu'une fissure unique s'est propagée. Il existe une densité de fissures qui minimise l'énergie du système si bien que lorsque la condition critique de propagation d'une fissure est atteinte, cela entraîne également la propagation d'autres fissures espacées de  $\lambda$  tel que:

$$\lambda = 8e_{ox} \left( 1 - \sqrt{1 - \frac{1}{2} \left( \frac{K_{Ic}}{\sigma\sqrt{e_{ox}}} \right)^2} \right) \quad V.93$$

Lorsque la contrainte dans le film atteint exactement la contrainte critique de propagation, l'espacement des fissures est égal à  $8e_{ox}$ . Elles sont alors assez espacées pour ne pas interagir et pour pouvoir être traitées comme des défauts isolés.

Dans notre cas, l'épaisseur d'alumine n'est pas constante. Nous supposons toutefois que l'espacement des fissures est constant et supérieur à  $8e_{ox}$  pour qu'elles n'interagissent pas.

#### V.7.4.3.3. Application du modèle à la fatigue mécano-thermique.

L'éprouvette de fatigue mécano-thermique subit d'abord des cycles de stabilisation thermique dynamique au cours desquels la couche d'alumine croît pendant les paliers à 1100°C avec la cinétique d'un cylindre de rayon 5,5mm.

La sollicitation thermo-mécanique commence alors, avec une contrainte longitudinale  $\sigma_{zz}$  qui atteint 1700MPa à 100°C.

#### Calcul de l'épaisseur d'alumine à laquelle se produit la première multifissuration.

L'expression V.92 donne l'épaisseur minimale d'alumine qui permet à une fissure de traverser toute la couche.

La contrainte appliquée étant égale à 1700MPa et la ténacité de l'alumine à  $2,5\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$  (voir paragraphe I.3.1.4), la première multifissuration aura lieu pour une épaisseur d'alumine  $e_{\text{ox,crit1}}=1,3\mu\text{m}$ .

#### Comportement de la fissure à l'interface.

Lorsque les fissures touchent l'interface, il est fortement probable qu'il y ait bifurcation dans l'interface, d'après la figure II.6. En effet l'énergie de rupture des aluminures de nickel est de l'ordre de  $100\text{J/m}^2$  (Noebe *et al*, 1993), tandis que nous avons estimé l'énergie de rupture de l'interface alumine/sous-couche aux alentours de  $5,6\text{J/m}^2$ .

La figure V.92 montre la bifurcation des fissures qui met à nu une partie de la sous-couche et qui permet une réinitialisation de la cinétique d'oxydation.

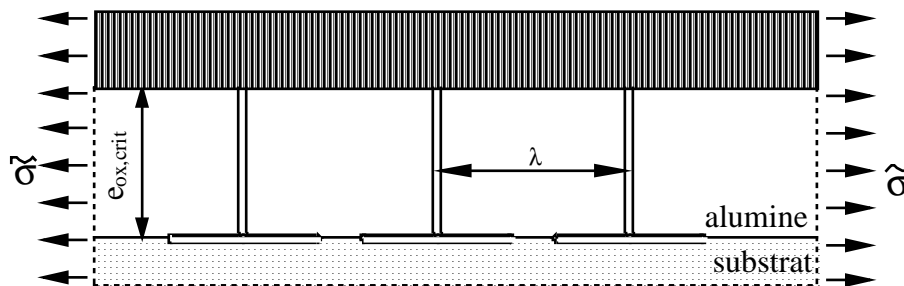


Figure V.92: bifurcation des fissures transverses à l'interface alumine/sous-couche.

#### Variation de complaisance de la couche d'alumine.

Lorsque les fissures transverses se propagent (figure V.93), la variation de la complaisance de la couche d'alumine est donnée par l'expression V.94.

$$\frac{dC}{da} = \frac{2G}{P^2} \quad \text{V.94}$$

où  $C$  est la complaisance du système;

$a$  est la longueur des fissures dans la couche d'alumine;

$G$  est le taux de libération d'énergie associé à la propagation de la fissure vers l'interface;

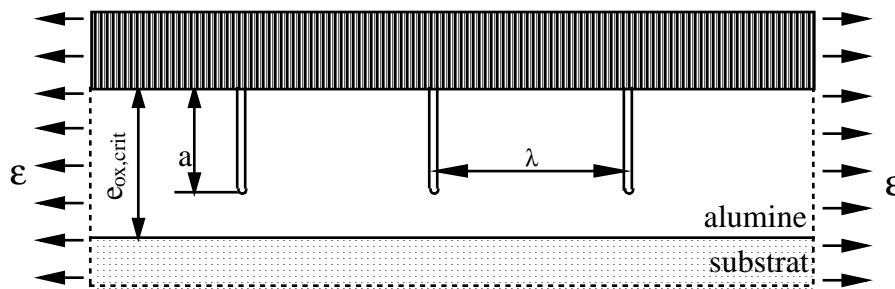
$P$  est la force appliquée au système.

La complaisance est donnée par l'expression V.95:

$$C = \frac{u}{P} = \frac{\lambda \varepsilon}{\sigma_{e_{ox}} (2\pi R)} \quad \text{V.95}$$

où  $u$  est le déplacement subi par une fissure;

$R$  est le rayon de l'éprouvette.



**Figure V.93:** propagation simultanée de fissures transverses dans la couche d'alumine.

L'expression de l'énergie de rupture est donnée par Thouless (1990).

$$G(a, \sigma) = \frac{\sigma^2 \pi a (1 - \nu^2)}{E_{ox}} F^2(s) \quad \text{V.96}$$

où  $s = 2a/(\lambda + 2a)$ ;

Dans le cas d'une fissure débouchante à la surface de l'alumine et sans interaction entre les fissures ( $0 \leq s \leq 0,2$ ), on a:  $F(s) = 1,12$ .

Dans le cas d'une fissure débouchante et si l'espacement des fissures est inférieur à  $8e_{ox}$  ( $0,2 \leq s \leq 1$ ),  $F(s) = \sqrt{(1-s)/\pi s}$ .

Enfin, sans tenir compte de l'interaction entre les fissures et dans le cas où elles sont incluses dans un milieu infini,  $F(s) = 1$ .

Nous nous placerons dans ce dernier cas de figure pour deux raisons: la céramique contribue à limiter l'ouverture de la fissure à la surface de l'alumine et l'alumine fissure dès que l'équation V.92 est vérifiée de telle sorte que l'espacement entre les fissures est supérieur à  $8e_{ox}$ .

Nous négligerons l'amplification du facteur d'intensité de contrainte lorsque la pointe de la fissure approche l'interface.

Notre essai étant conduit à déformation imposée, chaque accroissement de longueur de fissure à travers l'alumine induit une chute de la contrainte effectivement subie par la couche.

La contrainte subie par la couche d'alumine non endommagée est  $\sigma^\infty = 1700 \text{ MPa}$ . Nous noterons  $\tilde{\sigma}$  la contrainte subie par l'alumine en tenant compte de l'accroissement de longueur de fissure.

L'intégration de l'expression V.94, en utilisant les expressions V.95 et V.96, conduit à l'expression de la contrainte subie par le film lorsque les fissures l'ont traversé (figure V.94).

$$\frac{1}{\tilde{\sigma}} = \frac{1}{\sigma^\infty} + \frac{2\pi e_{ox}(1-\nu^2)}{\lambda \sigma^\infty} \quad \text{V.97}$$

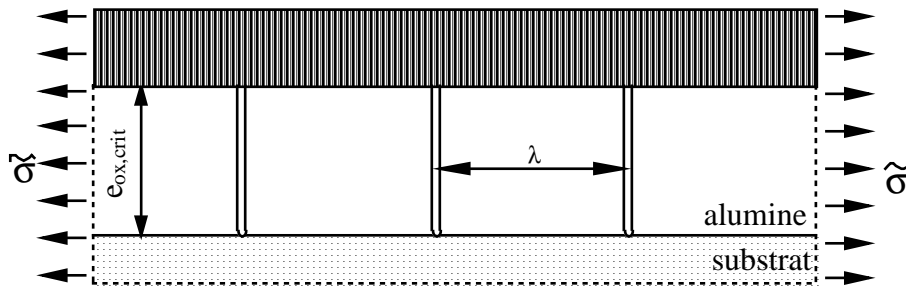


Figure V.94: couche d'alumine multifissurée.

#### Détermination des épaisseurs d'alumine critiques.

Nous supposons que les états de dommage entre deux évènements critiques sont indépendants. Cela veut dire que lorsqu'une fissure a traversé toute l'épaisseur d'oxyde critique, la propagation dans la couche nouvellement formée sera indépendante. Par contre, l'état de contrainte du système est continu. La fissuration de la première épaisseur critique induit une variation de complaisance traduite en terme de contrainte par l'expression V.97.

La contrainte  $\tilde{\sigma}$  est utilisée comme état initial du système pour calculer la nouvelle épaisseur d'alumine critique à l'aide de la relation V.92, qui intègre ensuite elle-même la variation de complaisance due à la propagation dans l'alumine nouvellement formée.

Nous utilisons donc successivement l'expression V.92 pour calculer l'épaisseur d'alumine critique, puis l'expression V.97 pour en déduire la chute de contrainte subie par la couche. Cette nouvelle contrainte est alors injectée dans l'expression V.92 pour en déduire l'épaisseur qui produira la deuxième fissuration.

Nous devons de plus tenir compte du fait que nous sommes en présence d'une distribution d'épaisseurs d'alumine à un instant donné. L'évènement critique (multifissuration) sera atteint dès que l'épaisseur d'alumine atteint l'épaisseur critique en un endroit de la couche.

La condition de multifissuration est donc:

$$e_{ox,max} \geq e_{ox,crit} \quad \text{V.98}$$

On suppose que la propagation d'une fissure depuis une zone d'épaisseur maximale induit la multifissuration dans toute la couche d'épaisseur moyenne  $e_{ox,moy}$ . En se référant aux histogrammes d'épaisseurs d'alumine en annexe 2, on a approximativement la relation suivante entre l'épaisseur moyenne et l'épaisseur maximale:

$e_{ox,max} = 2e_{ox,moy}$

V.99

Les épaisseurs critiques ainsi que les épaisseurs moyennes correspondantes et les épaisseurs totales d'alumine sont portées dans le tableau V.5, pour deux valeurs de l'espacement de fissures  $\lambda$  et sont illustrées par la figure V.95.

$\lambda=8\mu m.$

évènement critique n°	$e_{ox,crit}$ ( $\mu m$ )	$e_{ox,moy}$ ( $\mu m$ )	$e_{ox,moy,tot}$ ( $\mu m$ )	$\tilde{\sigma}$ (MPa)
1	1,3	0,65	0,65	1170
2	2,8	1,4	2,05	700
3	7,96	3,98	6,03 cet évènement	ne se produit plus

$\lambda=16\mu m.$

évènement critique n°	$e_{ox,crit}$ ( $\mu m$ )	$e_{ox,moy}$ ( $\mu m$ )	$e_{ox,moy,tot}$ ( $\mu m$ )	$\tilde{\sigma}$ (MPa)
1	1,3	0,65	0,65	1386
2	2,03	1,015	1,665	1075
3	3,38	1,69	3,35	647
4			cet évènement	ne se produit plus

Tableau V.5: résultat du calcul des épaisseurs critiques d'oxyde conduisant à la multifissuration de l'alumine.

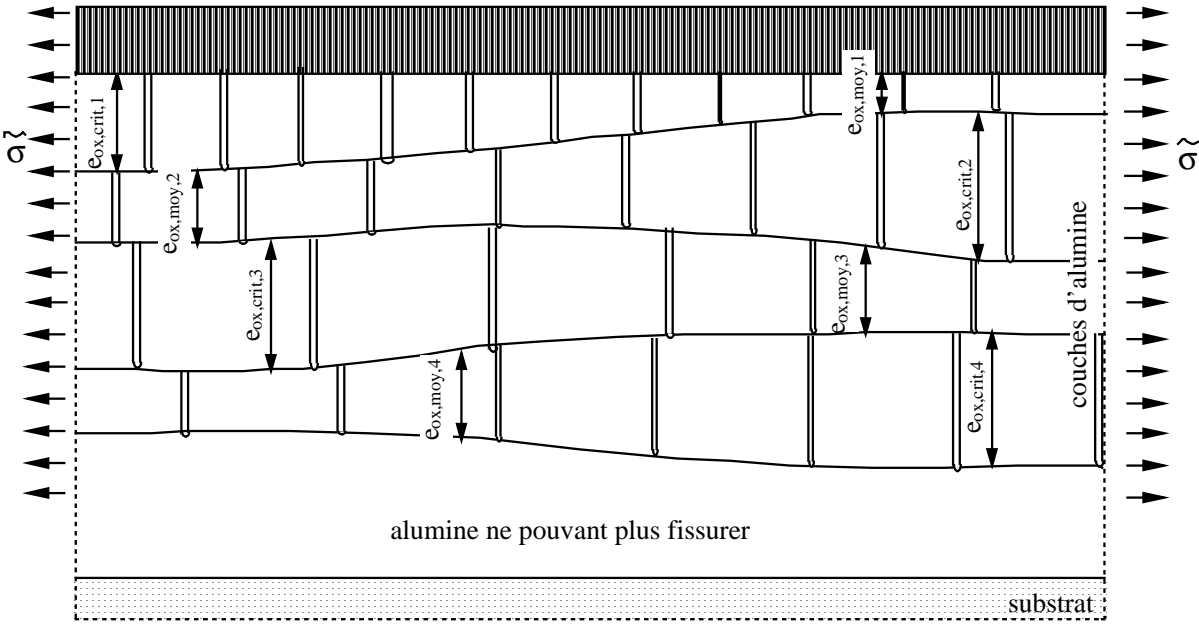
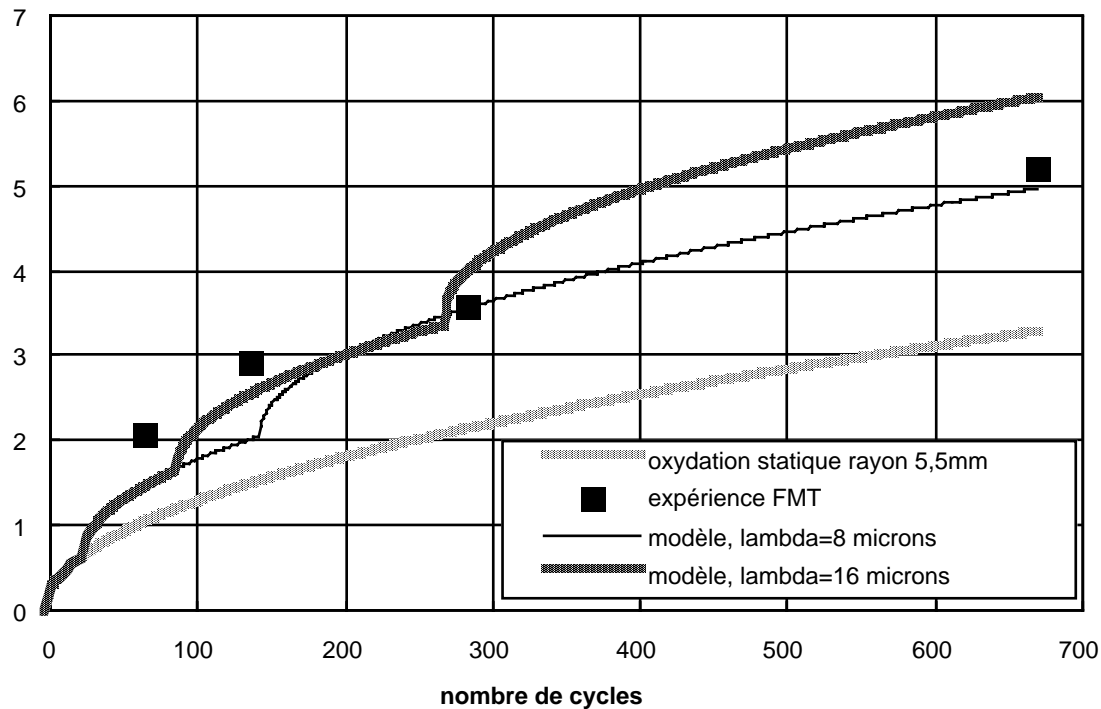


Figure V.95: schématisation de la multifissuration successive des couches d'alumine nouvellement formées.

La figure V.96 compare enfin les épaisseurs moyennes d'alumine mesurées expérimentalement à la courbe d'oxydation calculée par le modèle pour les deux valeurs de  $\lambda$ , 8 $\mu\text{m}$  et 16 $\mu\text{m}$ .



**Figure V.96:** mesures d'épaisseurs moyennes d'alumine en fatigue mécano-thermique, comparées aux courbes d'oxydation calculées pour une oxydation statique sur un cylindre de rayon  $R=5,5\text{mm}$  et par le modèle de multifissurations successives.

#### V.7.4.4. Evolution possible du dommage de la couche d'alumine causé par la multifissuration.

La présence des cavités incluses dans la couche d'alumine en fatigue mécano-thermique pourrait être causée par la multifissuration de la couche d'oxyde accompagnée de la bifurcation des fissures à l'interface. Cette multifissuration se produit à 100°C. Lorsque l'éprouvette est à nouveau portée à 1100°C, les fissures peuvent agir comme des puits de lacunes et une éventuelle viscoplasticité de l'alumine pourrait conduire à une évolution morphologique du dommage.

Cette évolution pourrait être schématisée par les séquences suivantes:

- 1- La première multifissuration a lieu à 100°C (figure V.97);
- 2- A 1100°C, les angles deviennent moins vifs et les cavités grossissent (figure V.98). Ceci se produit pendant plusieurs cycles jusqu'à ce qu'une nouvelle épaisseur d'oxyde permette la multifissuration à 100°C (figure V.99);
- 3- La morphologie du dommage évolue pendant plusieurs cycles à 100°C (figure V.100).;
- 4- Après quelques multifissurations, le nouvel oxyde ne peut plus fissurer (figure V.101). Les plus grosses cavités sont situées du côté de la zircone, ce qui entraîne un délaminage cohésif cohérent avec le modèle de la figure IV.62.



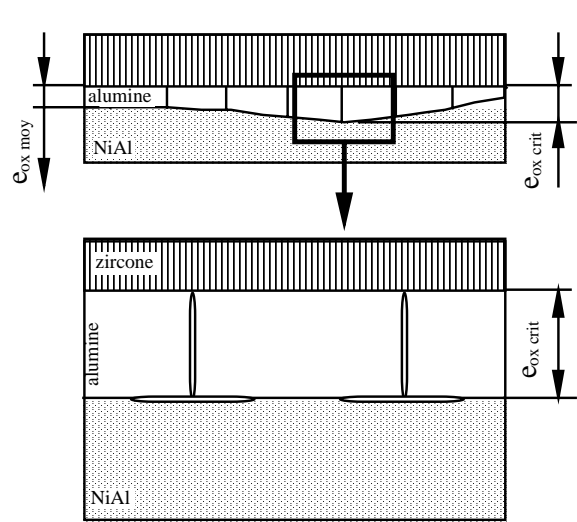


Figure V.97

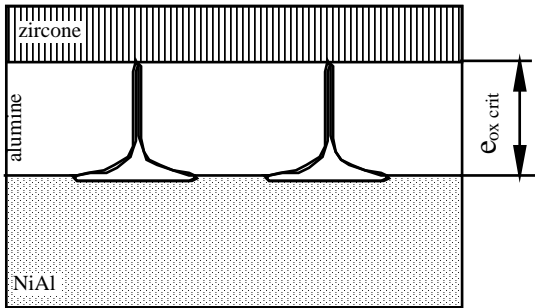


Figure V.98

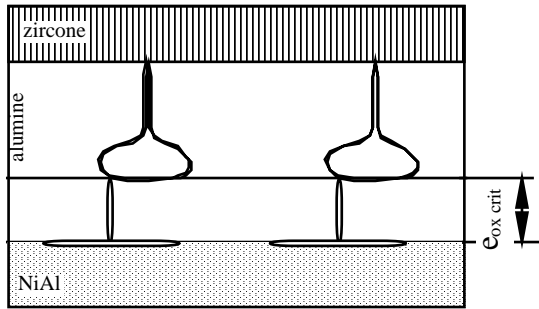


Figure V.99

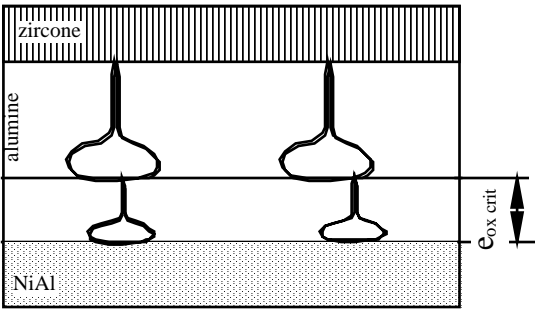


Figure V.100

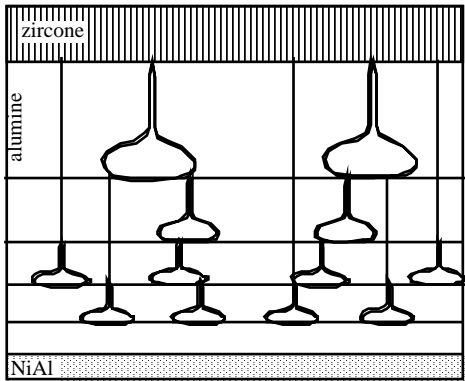


Figure V.101

Dans ce dernier paragraphe, nous avons donc proposé un modèle qui permet de décrire l'activation de la cinétique d'oxydation en fatigue mécano-thermique en nous basant sur des paramètres physiques. Le modèle est construit sur de nombreuses approximations, mais il permet toutefois de montrer que les contraintes subies par le système peuvent provoquer un mécanisme de multifissuration qui explique les zones très endommagées des figures IV.52 et IV.53. D'autre part, il est possible que la présence de cavités incluses, en très grande proportion dans la couche d'alumine, soit due à cette multifissuration. Cela explique aussi pourquoi les cavités incluses se développent beaucoup moins en conditions isothermes où la multifissuration n'a pas lieu.

## **Conclusion**



## **Conclusion**

Ce travail expérimental a exploré les mécanismes d'endommagement subis par une barrière thermique à céramique EBPVD et sous-couche d'aluminiure de nickel sur le superalliage monocristallin à base de nickel AM1. Il est motivé par le besoin de l'industriel SNECMA qui souhaite augmenter le rendement des moteurs aéronautiques par l'augmentation de la température d'entrée de turbine. Cela nécessite la protection des aubes de la turbine haute pression contre l'oxydation et la corrosion mais aussi de limiter la température du substrat.

L'expérimentation et l'analyse d'un système composé du substrat et de la barrière thermique se heurtent à des problèmes de plusieurs natures.

- Si les données concernant chacun des matériaux constitutifs à l'état massif sont abondantes, elles sont très rares lorsque les matériaux sont assemblés.

- Les essais de caractérisation simples habituellement utilisés pour obtenir des durées de vie sont les essais d'oxydation statique et cyclique. Ils sont utiles pour étudier l'aspect physico-chimique du système mais sont peu représentatifs des conditions de sollicitation subies par les aubes en service. Dès lors que l'on cherche à simuler les sollicitations des pièces, les difficultés expérimentales sont légion: choix des éprouvettes de laboratoire de simulation, choix des conditions d'essai et plus encore, instrumentation des éprouvettes afin de conduire un essai en connaissant rigoureusement ses paramètres et de pouvoir l'interpréter ensuite.

Des approximations doivent nécessairement être faites mais on s'est attaché, dans ce travail, à reproduire les paramètres d'essai les plus importants et à vérifier quelques propriétés des matériaux lorsqu'ils sont intégrés dans le système.

Le travail a débuté par une étude de l'oxydation statique isotherme d'échantillons plans. Cette étude fournit une référence de cinétique d'oxydation de la sous-couche et précise l'évolution de la composition chimique de la sous-couche.

Quelques propriétés de la sous-couche déposée sur le substrat, en l'absence de la céramique, ont été explorées et comparées aux propriétés du revêtement C1A, utilisé effectivement sur les aubes actuelles non protégées par une barrière thermique complète.

La transition ductile-fragile a été estimée aux alentours de 750°C. Elle sépare le domaine de fragilité de la sous-couche de son domaine de viscoplasticité. Dans le domaine de fragilité, la rupture par clivage est gouvernée par la déformation critique. Dans le domaine de viscoplasticité, nous avons établi une loi qui caractérise la rhéologie de la sous-couche déposée sur le substrat.

D'autre part, même dans son domaine de fragilité, la sous-couche est affectée par une sollicitation de fatigue oligocyclique. Le développement par fatigue, de grandes fissures transgranulaires, a été décrit par un modèle micromécanique comprenant une phase d'amorçage, suivie par une propagation instable. Le clivage est le mode d'endommagement qui prédomine.

Dans le prolongement de la première étape du travail, qui a caractérisé l'oxydation statique d'échantillons plans, les essais sur la barrière thermique complète ont permis d'étudier l'évolution et l'endommagement du système déposé sur un substrat de géométrie axisymétrique sous différents types de sollicitations:

- oxydation statique isotherme;
- oxydation isotherme couplée à la déformation cyclique (essais de fatigue oligocyclique isotherme);
- couplage entre des sollicitations thermiques et mécaniques cycliques (fatigue mécano-thermique) en s'inspirant d'un cycle mécano-thermique subi par le bord d'attaque d'une aube en service.

Les principales conclusions de ces expériences sont les suivantes.

La couche d'alumine qui se forme entre la sous-couche et la céramique, par l'oxydation de la sous-couche, présente deux évolutions majeures: son augmentation d'épaisseur et la cavitation incluse dans la sous-couche et à l'interface alumine/sous-couche.

Des évolutions plus fines, susceptibles d'être liées à la composition chimique de la couche, n'ont pas été explorées.

L'oxydation isotherme statique ou couplée à la déformation mécanique cyclique mènent à une même évolution de la couche d'alumine. En revanche, la sollicitation thermo-mécanique cyclique active des mécanismes propres qui se combinent aux mécanismes développés par l'oxydation isotherme.

L'état de contrainte local du système dans chaque couche, évoluant avec la température, est déterminant pour l'activation de certains mécanismes. Il a été estimé, dans chaque condition de sollicitation explorée dans cette étude, par un calcul intégrant la viscoplasticité de la sous-couche et la relaxation des contraintes dans les oxydes qui en résulte.

La géométrie des éprouvettes, c'est à dire la courbure macroscopique du substrat, est un paramètre essentiel qui agit sur la cinétique d'oxydation et sur la cavitation. La convexité et la concavité du substrat agissent dans le même sens et dans les deux cas; les contraintes radiales présentes à haute température, engendrées par la courbure, sont à l'origine des phénomènes d'accélération de la cinétique d'oxydation et de la cavitation.

Le mécanisme d'oxydation de la sous-couche est probablement un mélange entre les mécanismes anionique et cationique. Mais des mesures sur les échantillons plans ont montré que l'interface alumine/sous-

couche se déplace pendant l'oxydation. La position relative de cet interface par rapport au substrat se rapproche de celui-ci par l'effet de l'oxydation anionique et par échange lacunaire lors de l'oxydation cationique. Un rayon de courbure engendre des contraintes radiales qui tendent à décoller l'alumine de la sous-couche. D'autre part, l'activation de la cinétique d'oxydation et de la cavitation en présence d'un rayon de courbure concave, a été attribuée à un phénomène inhérent à la croissance colonnaire de la couche céramique EBPVD.

La sollicitation mécanique couplée à l'oxydation ne semble pas avoir d'influence sur la cinétique d'oxydation et la cavitation, quelle que soit la forme des cycles mécaniques appliqués. Les contraintes radiales générées par la déformation mécanique sont d'une part très faibles en raison de la viscoplasticité de la sous-couche et sont d'autre part alternativement positives et négatives de telle sorte qu'un effet d'accélération de cinétique serait immédiatement annulé par un effet de ralentissement. Les contraintes existant dans le système pendant des maintiens à déformation mécanique maximale sont presque totalement relaxées.

Cependant, la déformation longitudinale induit une fissuration transverse de la sous-couche.

Lorsque l'amplitude de déformation mécanique est faible, les essais sont plus longs et la couche d'alumine est très endommagée. A l'arrêt de l'essai, la génération de contraintes d'origine thermique conduit au délaminage de la barrière thermique à l'interface alumine/sous-couche. Ce délaminage adhésif ne peut se produire qu'au retour à température ambiante car dans le cas de délaminage en cours d'essai, l'allure de la rupture semblerait cohésive.

Lorsque l'amplitude de déformation mécanique est grande, la fatigue oligocyclique est plus dommageable pour le substrat que pour la barrière thermique qui ne se délamine pas au refroidissement.

Le délaminage apparaît donc comme un mécanisme d'endommagement secondaire, consécutif au développement de fortes contraintes d'origine thermique qui agissent sur une interface très endommagée par la cavitation interfaciale et la ségrégation du soufre. D'autre part, la faible résistance du système est attribuée à la présence de cet élément soufre dans le substrat.

La fraction de cavités interfaciales est un paramètre fondamental dans le délaminage de la barrière thermique. Ce dommage est soumis au champ de contrainte développé par la croissance de l'alumine à haute température et au champ de contrainte d'origine thermique largement prédominant à basse température.

Ainsi, l'activation du mécanisme de délaminage par une contrainte mécanique qui vient se superposer au champ d'origine thermique et qui agit sur la barrière thermique vieillie sur différentes durées (essais AG2C), nous a permis de quantifier l'énergie de rupture interfaciale par le biais d'un modèle.

Le cas particulier de la fatigue mécano-thermique peut être traité en s'appuyant sur les mécanismes développés en conditions isothermes puisque le cycle est grossièrement assimilable, surtout au vu des contraintes dans les couches, à une répétition d'oxydations isothermes qui alternent avec des refroidissements et des tractions à basse température. En postulant un mécanisme de micro-fissuration de la couche d'alumine qui peut intervenir lorsqu'une condition sur l'épaisseur d'alumine est vérifiée, l'activation de la cinétique d'oxydation, particulièrement marquée en fatigue mécano-thermique, peut être modélisée par des réinitialisations successives de la cinétique isotherme.

En outre, la microfissuration, suivie à haute température par la diffusion de lacunes vers ces fissures, ajoutée à une éventuelle plasticité de l'alumine, peuvent jouer sur la formation des cavités incluses en fatigue mécano-thermique. Il en résulte un délaminage cohésif, résultant de la croissance et la coalescence de ces cavités incluses dont les plus larges sont situées tout près de la zircone.

## **Perspectives**

Cette thèse a exploré les mécanismes d'endommagement d'un système AM1-barrière thermique, qui n'est pas optimisé vis à vis de la composition chimique du substrat. La désulfuration de l'AM1 est un objectif à court terme.

La compréhension des mécanismes d'endommagement demande davantage de données sur les évolutions physico-chimiques du système, en particulier lors de l'oxydation sous contrainte. Des observations devraient alors être réalisées à une échelle plus fine, à l'aide de la microscopie électronique en transmission entre autre, en insistant tout particulièrement sur les transformations de phases éventuelles dans l'alumine et la sous-couche et sur les mécanismes d'oxydation.

On a montré que les cavités interfaciales constituent un paramètre essentiel dans l'endommagement du système, mais l'évolution de ce paramètre n'a été prise en compte que de manière empirique. Pour ce point également, la connaissance des mécanismes de germination et croissance et des paramètres qui les régissent est nécessaire, afin d'établir une approche plus physique.

La modélisation mécanique du système nécessite une meilleure connaissance de la rhéologie de chaque couche du système. La rhéologie de la sous-couche a été étudiée au chapitre II, mais celle de l'alumine nous est inconnue. La viscoplasticité de l'alumine, sujette à controverses, est un facteur essentiel qui conditionne l'état mécanique de l'interface alumine/sous-couche. D'autre part, l'influence éventuelle de la zircone n'a pas été parfaitement élucidée. Le comportement de l'AM1 en écrouissage cyclique à 1100°C n'est pas modifié par la présence de la barrière thermique, mais les phénomènes locaux qui interviennent dans la couche de zircone et qui peuvent se répercuter sur l'alumine, ne sont peut-être pas mis en évidence par ces essais macroscopiques. Des essais d'indentation locale de la couche de zircone permettraient de préciser la rhéologie de cette couche fortement anisotrope.



Les essais sur éprouvettes AG2C qui sont destinés à caractériser la résistance interfaciale de la barrière thermique ont été analysés par une approche très simplifiée. Les éléments finis constituent un outil de choix pour calculer l'état de contrainte de cette éprouvette de manière plus rigoureuse. Cela demande bien entendu une bonne connaissance de la rhéologie des couches, ce qui justifie les points précédents. Connaissant alors l'état de contrainte des éprouvettes, l'analyse micromécanique pourrait être améliorée par une approche de mécanique de la rupture tridimensionnelle qui prendrait en compte le cisaillement et la torsion de l'interface.

Enfin, l'identification des mécanismes d'évolution des cavités en fatigue mécano-thermique demanderait une approche plus fine, comme pour les autres conditions de sollicitation, mais il pourrait aussi être intéressant d'étudier l'évolution des positions relatives et absolues des cavités et des interfaces dans le système. Ces mesures ne peuvent être faites en continu car elles demandent des observations sur coupe, mais on pourrait envisager des mesures associées à un traitement statistique du nombre et du volume des cavités interfaciales et des cavités incluses. Ceci pourrait préciser si les cavités interfaciales deviennent effectivement incluses comme nous l'avons supposé en partie, ou si la fatigue mécano-thermique est une condition particulièrement favorable à la formation de cavités incluses tandis que les conditions isothermes favorisent la germination de cavités interfaciales.

En conclusion, il apparaît que cette étude qui a débuté sur une approche mécanique à l'aide d'essais macroscopiques, tend à s'orienter vers une recherche plus fine des mécanismes physico-chimiques qui interviennent dans le système. L'équilibre entre l'approche mécanique macroscopique et la caractérisation fine des mécanismes physiques devrait permettre une meilleure compréhension des phénomènes.



# **Bibliographie**



## Classement alphabétique

## {paragraphe de citation}

ALPERINE S., DERRIEN M., JASLIER Y., MEVREL R.

*''Thermal barrier coatings: the thermal conductivity challenge''*

Workshop on Thermal Barrier Coatings proceedings. 85th meeting of AGARD Structures and Materials Panel, Aalborg, DK; 1997. {I.2.3.2.4}

ALPERINE S., LELAIT L.

*''Microstructural investigations of plasma sprayed yttria-partially stabilized zirconia TBCs''*

Rapport Interne ONERA 1992-73; 1992. {I.3.1.1}

ALPERINE S., STEINMETZ P., JOSSO P., CONSTANTINI A.

*''High-Temperature Resistant Palladium-Modified Aluminide Coatings for Ni Base Superalloys''*

Material Science and Engineering A121; pp.367-372; 1989. {I.2.3.1.1, II.2.3.3.1}

ANSTIS G.A., CHANTIKUL P., LAWN D.R., MARSHALL D.B.

*''Critical evaluation of indentation techniques for measuring fracture toughness: I, direct crack measurements''*

Journal of the American Ceramic Society, Vol.64; pp.533-538; 1981. {III.4.1.2}

ANTOLOVITCH S.D., LIU S., BAUR R.

Metallurgical Transactions, Vol.12A; pp.473-481; 1981. {IV.1.2.2}

ARANA M., MARTINEZ ESNAOLA J.M., FUENTES M.

*''Recubrimiento de un Monocristal de Base Niquel en Fatiga Termomecanica''*

Anales of fracture mechanics, Vol.13; pp.164-169; 1994. {I.2.2}

ARDELL A.J.

*''The effect of volume fraction on particle coarsening: theoretical considerations''*

Acta Metallurgica, Vol.20, n°1; pp.61-71; 1972 {I.2.1.1.3}

ASHBY M.F., FROST H.J.

*''Deformation-mechanism maps''*

Pergamon Press; pp.98-104; 1962. {V.4.2.2}

ATKINSON C.

*''On stress singularities and interfaces in linear elastic fracture mechanics''*

International journal of fracture, Vol. 13, n°6; pp.807-820; 1977. {II.1.1, III.2.1.2}

AVESTON J., COOPER G.A., KELLY A.

*''The properties of fiber composites''*

IPC, Science and Technology Press; p.15; 1971. {II.1.4}

AYRAULT D.

*''Fluage à haute température de superalliages base nickel monocristallins''*

Thèse de Doctorat de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris; 1989. {I.2}

BACHELET E., LAMANTHE G.

*''AM1, superalliage à hautes performances pour aubes de turbine monocristallines''*

Colloque National sur les superalliages monocristallins, CNRS, SNECMA, IMPHY, Villard de Lans, France; 1986.  
{I.2.1.1.1}

BARLETT A.H., DAL MASCHIO R.

*''Failure Mechanisms of a Zirconia-8% Ytria Thermal Barrier Coating''*

Journal of the American Ceramic Society, Vol. 78, n°4; pp.1018-1024; 1995. {III.4.2}

BAKER I., NAGPAL P., LIU F., MUNROE P.R.

*''Effect of grain size on the yield strain of FeAl and NiAl''*

Acta Metallurgica et Materialia, Vol. 39, n°7; pp.1637-1644; 1991. {I.2.3.1.3, II.2.3.2.2}

BARNES J.J., GOEDJEN J.G., SHORES D.A.

*''Model for stress generation and relief in oxide-metal systems during a temperature change''*

Oxidation of metals, Vol. 32, n°5/6; pp.449-469; 1989. {V.2.3, V.2.1, V.2.4}

BAUDAIN G., POLICELLA H.

*''Nouvelle méthode de mesure électrique de longueur de fissure''*

La recherche aérospatiale, n°4; pp.195-203; 1978. {IV.2.2}

BERNARD H.

*''Influence d'une protection d'aluminure sur l'endommagement du superalliage à base de nickel IN100 en fatigue à haute température''*

Thèse de Doctorat de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris; 1990. {II.2.2.1, IV.1.2.2}

BERNARD H., REMY L.

*''Thermal-Mechanical Fatigue Damage of an Aluminide Coated Nickel-Base Superalloy''*

Advanced Materials and Processes, Proceedings of the First European Conference on Advanced Materials and Processes, EUROMAT'89; pp.529-534; 1989. {IV.1.2.2}

BERNDT C.C., HERMAN H.

*''Failure during thermal cycling of plasma-sprayed thermal barrier coatings''*

Thin Solid Films, vol. 108; pp.427-437; 1983. {I.2.3}

BERNSTEIN H.L.

*''Model for the oxide growth stress and its effect on the creep of metals''*

Metallurgical Transactions, vol. 18A; pp.975-986; 1987. {V.3.2.1.1}

BEUTH J.L.

*“Cracking of thin bonded films in residual tension”*

International Journal of Solids and Structures, Vol.29, n°13; pp.1657-1675; 1992 {II.1.1, II.1.2, II.1.3}

BOONE D. H.

*“Physical vapour deposition process”*

Materials Science and Technology, Vol. 2; pp.220-224; 1986. {I.2.3.2.1}

BOTTEGA W.J., MAEWAL A.

*“Delamination, buckling and growth in laminates”*

Journal of Applied Mechanics, Vol.50; pp.184-189; 1983. {III.1.1.1}

BOWMAN R.R., NOEBE R.D., RAJ S.V., LOCCI E.

Metallurgical Transactions, Vol.23A; pp.1493-1508; 1992. {II.2.3.1.3}

BUSO E. P., MC CLINTOCK F. A.

*“Thermal Fatigue Degradation of an Overlay Coating”*

Material Science and Engineering A161, n°2; pp.165-179; 1993. {IV.1.1}

CARRY C., HOUIS C. STRUDEL J.L.

Mém. Et. Sci. Rev. Metall. vol.78; pp.337; 1981. {I.2.1.4, IV.3.3.5}

CHANG K.M., DAROLIA R., LIPSITT H.A.

*“Cleavage fracture in B2 aluminides”*

Acta Metallurgica et Materialia vol.40, n°10; pp.2727-2737; 1992. {II.2.3.2.2}

CHATAIGNER E., REMY L.

*“Influence d'un Revêtement Protecteur CIA sur la Tenue en Fatigue d'Aubes de Turbine Monocristallines”*

Comptes-Rendus des Journées de Printemps, Paris; Commission de Fatigue des Métaux SF2M, Revue de Metallurgie Eds; pp.11-22; 1995. {II.4.2, IV.1.2.1, IV.1.2.2}

CHEREPANOV G.P.

*“The stress state in a heterogeneous plate with notches”*

Izvestiya AN SSSR, OTN, mekh. i mashin., n°1; p.131; 1962. {III.2.1.1}

CHRISTL W., RAHMEL A., SCHUTZE M.

*“Behaviour of oxide scales on 2,25Cr-1Mo steel during thermal cycling.II. Scales grown in water vapor”*

Oxidation of Metals, Vol.31, n°1/2; pp.35-69; 1989. {V.7.4.3.2}

CIVELEK M.B.

*“Stress intensity factors for a system of cracks in an infinite strip”*

Fracture Mechanics: 16<sup>ème</sup> Symposium ASTM STP 868, Kanninen et Hopper Eds. Philadelphie; pp.7-26; 1985. {II.1.1}

CLARK R.W., WHITTENBERGER J.D.

*''Thermal expansion of binary CoAl, FeAl and NiAl alloys''*

Thermal Expansions, T.A. Hahn Ed., New-York, Plenum Press; p.189; 1984. {I.2.3.1.3}

COMNINIOU M.

*''Interface crack''*

Journal of Applied Mechanics; pp.631-636; 1977 {III.2.1.1, III.2.1.2}

COMNINIOU M.

*''An overview of interface cracks''*

Engineering Fracture Mechanics Vol.37, n°1; pp.197-208; 1990. {III.2.1.2}

COTTRELL A.H.

Transactions of the American Institut of Mineralogist, Metallurgist and Petrologist Engineers, Vol.212; p.192; 1958.

{II.2.3.2.2}

DAL MASCHIO R., SGLAVO V.M., MATTIVI L., BERTAMINI L., STURLESE S.

*''Indentation Method for Fracture Resistance Determination of Metal/Ceramic Interfaces in Thick TBCs''*

Journal of Thermal Spray Technology, Vol. 3, n°1; pp.51-56; 1994. {III.4.2}

DAVIES J.B., CAO H.C., BAO G., EVANS A.G.

*''Fracture energy of interfaces: an elastic indentation technique''*

Acta Metallurgica et Materialia, Vol.39, n°5; pp.1019-1024; 1991. {III.4.2}

DELAUNAY D., HUNTZ A.M., LACOMBE P.

Corrosion Science, Vol.20; pp.1109-1117; 1980. {V.4}

DIONNET B.

Thèse de Doctorat de l'Université de Limoges; 1993 {V.3}

DIOT C., CHOQUET P., MEVREL R.

Proceedings of the Internationale Conference On Residual Stresses (ICRS-2), France, G.Beck, S.Denis, A.Simon Eds., Elsevier Applied Science, London; pp.273; 1989. {V.3.3}

DOI F.

Thèse de Doctorat de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris; 1994. {I.2.1.4}

DONALDSON A.T., EVANS H.E.

Journal Nucl. Mater., Vol.74; pp.38-65; 1981. {V.3.1.2.1}

DUGDALE D.S.



Journal of Mechanics and Physics of Solids, Vol.8; p.100; 1960 {II.7.3.1}

DUNDURS J.

*''Edge-bonded dissimilar orthogonal elastic wedges under normal shear loading''*

Journal of Applied Mechanics Vol.36; pp.650-652; 1969. {II.1.1, III.2.2.1}

DURET C., DAVIN A., MARIJNISSEN G., PICHOR R.

*''Recent approaches to the developpement of corrosion resistant coatings''*

Proceedings of th High TEMperature Alloys for Gas Turbine Conference, Liège, Belgium; pp.53-86; 1982. {I.1.2, I.2.2.1}

ENGLAND

1965. {III.2.1.1, III.2.1.2}

ESHELBY J.D.

Prog. Solid Mech., Vol.2, Ed. I.N. Sneddon et R.Hill, Amsterdam; p.87; 1961. {IV.3.3.5}

ESPIE L.

*''Etude expérimentale et modélisation numérique du comportement mécanique de monocristaux de superalliages''*

Thèse de Doctorat de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris; 1996. {I.2.1.1.3, I.2.1.4}

ERDOGAN F.

*''Stress distribution in bonded dissimilar materials with cracks''*

Journal of Applied Mechanics, Vol.32; p.403; 1965. {III.1.3.1, III.2.1.1}

EVANS A.G.

*''Cavity formation and metallurgical changes induced by growth of oxide scale''*

Materials Science and Technology, Vol.4; p.1089; 1988. {III.1.1, V.3.1.1.1}

EVANS A.G., CRUMLEY G.B., DEMARAY R.E.

*''On the mechanical behaviour of brittle coatings and layers''*

Oxidation of Metals, Vol.20, n°5/6; pp.193-216; 1983. {III.5.3, V.2.2, V.2.3, V.2.5, V.3.2.1.2, V.5.2.1, V.6.2.1.3}

EVANS A.G., DAVIDGE R.W.

Philosophical Magazine, Vol.20; p.273; 1969. {I.3.1.4}

EVANS A.G., HUTCHINSON J.W.

*''On the mechanics of delamination and spalling in compressed films''*

International Journal of solids and structures, Vol.20, n°5; pp.455-466; 1984. {III.1.1.1, III.4.2}

EVANS A.G., WILSHAW T.R.

*''Quasi-static solid particle damage in brittle solids: I''*

- Acta metallurgica and materialia, Vol.24, n°10; pp.939-956; 1976. {III.4.1.2}
- EVANS H.E.  
*''Stress effects in high temperature oxidation of metals''*  
 International Materials Review, Vol.40, n°1; pp.1-40; 1995. {I.3.1.1, V.3.5, V.3, V.3.1.1, V.3.1.1.1}
- EVANS H.E.  
 Corrosion Science, Vol.23; pp.209-22; 1983. {V.3.1.2.1}
- EVANS H.E., LOBB R.C.  
 Corrosion Science, Vol.24; pp.495-506; 1984. {III.5.4.3}
- EVANS H.E., LOBB R.C.  
 Proceedings of the 9<sup>th</sup> International Congress on Metallic Corrosion, Toronto, Canada, NRC Ottawa; pp.46-53; 1984. {III.5.4.3}
- EVANS H.E., NICHOLLS J.R., SAUNDERS S.R.J.  
 Solid State Phenomenon, Vol.41; p.137; 1995. {I.3.1.2}
- EVANS H.E., NORFOLK D.J., SWAN T.  
 Journal of the Electrochemical Society, Vol.125; pp.1180-1185; 1978. {V.3.1.1.2, V.4.1.1}
- EVANS H.E., STRAWBRIDGE A., CAROLAN R.A., PONTON C.B.  
*''Creep effects on the spallation of an alumina layer from a NiCrAlY coating''*  
 Materials Science and Engineering A225; pp.341-381; 1997. {III.1.1.2, III.1.1.3, III.3.2.2.1}
- FAWLEY R.W.  
*''Superalloy progress''*  
 The Superalloys, Sims CT et Hagel WC Eds., Chapitre 1; pp.3-29; 1972. {I.1.1}
- FLEURY E.  
*''Endommagement du superalliage monocristallin AM1 en fatigue isotherme et anisotherme''*  
 Thèse de Doctorat de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris; 1991. {I.2}
- FLEURY E., REMY L.  
*''Low cycle fatigue damage in nickel-base superalloy single crystals at elevated temperature''*  
 Materials Science and Engineering A167; pp.23-30; 1993. {IV.1.2.1}
- FORSYTH P.J.E.  
 Crack Propagation Symposium, Cranfield, Grande-Bretagne; p.76; 1961. {II.7.3.1}
- FOX P., LEES D.G., LORIMER G.W.  
 Oxidation of Metals, Vol. 36; p.491; 1991. {I.3.1.2}

FROMHOLD A.T.

*''Stress effects and the oxidation of metals''*

J.V. Cathcart Ed., New-York, AIME; 1975. {V.3.1.2.1}

FREDHOLM A..

*''Monocristaux d'alliages base nickel: relation entre composition, microstructure et comportement en fluage à haute température''*

Thèse de Doctorat de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris; 1987. {I.2, IV.3.3.5}

GANDHI C., ASHBY M.F.

*''Fracture-mechanisms maps for materials which cleave:FCC, BCC, HCP metal and ceramics''*

Acta Metallurgica et Materialia; Vol.27; pp.1565-1602; 1979. {V.7.4.3.1}

GAUJE G., MORBIOLI R.

*''Vapor phase aluminizing to protect turbine airfoils''*

High Temperature Coatings, Proceedings of the 112th AIME annual meeting, Atlanta, GE, USA, Singhal Eds.; 1983. {I.2.2.2}

GECIT M.R.

*''Fracture of a surface layer bonded to a half space''*

International Journal of Engineering Science, Vol.17; pp.287-295; 1979. {II.1.1}

GILMAN J.J.

*''Fracture of solids''*

Edition Interscience, New-York; p.541; 1962. {II.2.3.2.2}

GLENNY E., NORTHWOOD J.E., SHAW S.W.K., TAYLOR T. A.

Journal of the Institute of Metals, Vol.87; pp.294; 1958. {IV.1.1}

GLENNY E., TAYLOR T.A.

*''Study of the thermal fatigue behaviour of metals, the effect of test conditions on nickel-base high-temperature alloys''*

Journal of the Institute of Metals, Vol.88; pp.449-461; 1970 {IV.1.1}

GOEBEL J.A., BARKALOW R.H., PETTIT F.S.

*''Effect produced by platinum in high temperature metallic coatings''*

Proceedings of the Tri-Service Conference on Corrosion ; pp.165-655; 1979. {I.2.3.1.2}

GOLIGHTLY F.A., STOTT F.H.

Journal of the Electrochemical Society, Vol.126; pp.1035-1042; 1979 {V.3.1.2.1}

GOSH G., OLSON G.B., FINE M.E.

*"Coherency induced morphological evolution in NiAl type precipitates"*

Solid-Solid Phase Transformations, Ed. W.C. Johnson, J.M. Howe, D.E. Laughlin, TMS; pp.611-616; 1994. {I.2.1.4}

GOWARD G.W.

*"Current research on surface protection of superalloys for gas turbine engines"*

Journal of Metal; pp.31-39; 1970. {II.2.1.4.}

GOWARD G.W., BOONE D.H.

*"Mechanisms of formation of diffusion aluminide coatings on Ni-base superalloys"*

Oxidation of Metals, Vol.3, n°5; 1971. {I.2.2.1}

GROSDIDIER T.

*"Etude de la transformation de phase  $g \leftrightarrow g + g'$  de superalliages monocristallins à base de nickel. Influence de sollicitations mécaniques et d'hétérogénéités chimiques"*

Thèse de Doctorat de l'Institut National Polytechnique de Lorraine; 1992. {I.2.1.4}

GUICHET B.

*"Identification de la loi de comportement interfaciale du composite SiC/Ti "*

Thèse de Doctorat de l'Ecole Centrale de Lyon; 1998. {III.5.4.3, V.6.2.2.2}

GUPTA V., YUAN J., MARTINEZ D.

Journal of the American Ceramic Society, Vol.76; p.305; 1993. {II.1.5}

HALL E.O.

Proceedings of the Physical Society, Vol.64B; pp.747-754; 1951. {I.2.3.1.3, II.2.3.2.2}

HANCOCK P.

*"Degradation processes for ceramic coatings"*

MRS-Europe; pp.163-179; 1985. {I.2.3.2.2}

HANCOCK P.

*"Degradation processes for ceramic coatings"*

MRS-Europe; pp.163-179; 1985. {I.2.3.2.2}

HANCOCK P., HURST R.C.

*"Advances in corrosion science and technology"*

M.G. Fontana, R.W. Staehle Eds., New-York, Plenum Press; pp.1-84; 1974. {V.3.1.2.1, V.3.2.1.2}

HANCOCK P., MALIK M.

*"Coating systems and technologies for gas turbine applications"*

- Materials for Advanced Power Engineering, part 1; pp.685-704; 1994. {I.1.2}
- HANCOCK P., NICHOLLS J.R.  
Materials Science and Technology, Vol.4; pp.398-406; 1988. {IV.3.4.1, V.4.1.2, V.6, V.7.4.3.1}
- HANRIOT F.  
''Etude du comportement du superalliage monocristallin AM1 sous sollicitations cycliques''  
Thèse de Doctorat de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris; 1993. {I.2}
- HE M.Y., BARLETT A., EVANS A.G.  
''Kinking of a crack out of an interface : Rôle of in-plane stresses''  
Journal of the American Ceramic Society, Vol.74, n°4; pp.767-771; 1991. {III.2.3.2}
- HE M.Y., HUTCHINSON J.W.  
''Kinking of a crack out of an interface''  
Journal of Applied Mechanics, Vol.56; pp.270-278; 1989. {III.2.3.1}
- HINDAM H.M., SMELTZER W.W.  
''Application of Auger electron spectroscopy and inert metal markers techniques to determine metal and oxygen transport in oxide films on metals''  
Oxidation of metals, Vol.14, n°4; pp.337-349; 1980. {I.3.1.1, V.3.1.2.1}
- HOLMES D.R., PASCOE R.T.  
Werkstoffe in Korrosion, Vol.23; pp.747-755; 1972. { V.3.2.1.1}
- HOU P.Y., STRINGER J.  
Oxidation of Metals, Vol.38; pp.323; 1992. {I.3.1.2}
- HSUEH C.H., EVANS A.G.  
''Oxidation induced stresses and some effects on the behaviour of oxide film''  
Journal of Applied Physics, Vol.54, n°11; pp.6672-6686; 1983. { V.3.2.1.2, V.4.3}
- HU M.S., EVANS A. G.  
''Cracking and Decohesion of Thin Films on Ductile Substrates''  
Acta Metallurgica et Materialia, Vol.37, n°3; pp.917-925; 1989. { II.1.4}
- HUNTZ A.M.  
''Stresses in NiO, Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> oxide scales''  
Materials Science and Engineering, Vol.A201; pp.211-228; 1995. {V.1.1, V.6.2.1.3}
- HUTCHINSON J. W., MEAR M.E., RICE J.R.  
''Crack paralleling an interface between two dissimilar medias''  
Journal of Applied Mechanics, Vol.54; pp.928-832; 1983. {III.2.2.1, III.2.2.2}

HUTCHINSON J. W., SUO Z.

*''Mixed Mode Cracking in Layered Materials''*

Advances in applied mechanics, Vol.29; pp.63-191; 1992.

{II.1.1, II.1.2, III.1.1.1, III.1.2}

IMMARIGEON J.P., PARAMESWARAN V.R., CHOW D., MORPHY D.D.

*''Evaluation of thermal barrier coatings from burner rig tests''*

Workshop on Thermal Barrier Coatings proceedings. 85th meeting of AGARD Structures and Materials Panel, Aalborg, DK; 1997.

{IV.1.1, V.2}

IRWIN J.

*''Analysis of stresses and strains near the end of a crack traversing a plate*

Journal of Applied Mechanics, Vol.59; pp.361-364; 1957.

{III.2.1.2}

JACKSON M.R., RAIRDEN J.R.

*''Aluminization of platinum and platinum-coated IN738''*

Metallurgical Transactions, Vol.8A; pp.1697-1707; 1977.

{I.3.2.1}

JENSEN H.M.

*''Mixed mode fracture analysis of the blister test''*

Engineering Journal of Fracture; 1990.

{V.6.1}

JIN Z.H., NODA N.

*''Quasi-Three-Dimensional Stress Fields at an Interface Crack tip''*

Fracture Mechanics, Vol.25; 1995.

{III.2.1.2}

JOHNSON K.L.

Contact Mechanics, Cambridge University Press; pp.175; 1985.

{III.4.2}

KACHANOV L.M.

*''On creep rupture time''*

Izv. Acad. Nauk SSSR, Otd. Techn. Nauk, n°8; pp.26-31; 1958.

{II.3.4.1, II.3.4.3}

KAHLWEIT

*''Thermomechanical and isothermal fatigue behaviour of coated and bare superalloys''*

Journal of applied physics, Vol.44, n°12; pp.5301-5308; 1975.

{I.2.1.1.3}

KAYSSER W.A., PETERS M., FRITSCHER K., SCHULZ U.

*''Processing, characterisation and testing of EBPVD thermal barrier coatings''*

Workshop on Thermal Barrier Coatings proceedings. 85th meeting of AGARD Structures and Materials Panel, Aalborg, DK; 1997.

{I.2.3.2.2}

KENDALL .

Proceedings of the Royal Society, Vol.A344; pp.287; 1975. {II.1.5}

KERKHOFF G., VASSEN R., FUNKE C., STOVER D.

*''Finite element analysis of thermal stresses in thermal barrier coatings on cylindrical substrates''*

Proceedings of the 6th Materials for Advanced Power Engineering, Liège, Belgium; pp.1669-1677; 1998.{V.2.2}

KNOTT J.F.

*''Fundamentals of fracture mechanics, notched bar fracture mechanics and the micro-mechanisms of clivage and fracture''*

Butterworth Eds, Chap.7; pp.173-203; 1993. {II.2.3.2.2}

KNOWLES J.K., STERNBERG E.

*''Large deformations near a tip of an interface crack between two neo-hookean sheets''*

Journal of Elasticity, Vol.13; pp.257-293; 1983. {III.2.1.2}

KOFSTAD P.

Oxidation of Metals, Vol.24; pp.265; 1985. {V.5.1}

KOKINI K.

*''Interfacial cracks in ceramic to metal bonds under transient thermal loads''*

Journal of the American Ceramic Society, Vol. 63, n°2; pp.266-270; 1987. {III.1.3, III.3.1.1}

KOKINI K.

*''Material compatibility in interfacial transient thermal fracture of ceramic-to-metal bonds''*

Journal of Applied Mechanics, vol. 55; pp.767-772; 1988. {III.1.3}

KOKINI K., REYNOLDS R.R.

*''Transient heating versus cooling of interfacial cracks in ceramic to metal bonds''*

Engineering Fracture Mechanics, vol. 38, n°6; pp.371-383; 1991. {III.1.3, IV.2.4}

KOSTER A.

*''Fatigue thermique d'un alliage pour aubes de turbopompe astronautique: le superwaspaloy''*

Thèse de Doctorat de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris; 1997. {II.4.2}

KOSTER A., CAILLETAUD G., LAURENT G., REMY L.

*''Development of a thermal fatigue facility to simulate the behaviour of superalloys components''*

Fatigue under Thermal and Mechanical Loadings, J.Bressers, L.Rémy Eds., European Comission JRC-SF2M, Petten, The Netherlands; 1995. {II.4.2}

KOSTER A., CHATAIGNER E., REMY L.

*“Thermal Fatigue, a Useful Tool to Assess Low Cycle Fatigue Damage in Superalloys for Components Experiencing Thermal Transients”*

AGARD Conference Proceedings 569 on Thermal and Mechanical Fatigue of Aircraft Engine Material, Banff Canada, 1995. {II.4.2}

KOSTER A., FLEURY E., VASSEUR E., REMY L.

*“Thermal-mechanical fatigue testing”*

Automation in Fatigue and Fracture: Testing and Analysis, ASTM-STP 1231, C.Amsallag Eds, Philadelphia, USA; pp.563-580; 1994. {IV.2.4}

LÄMMERMANN H., KIENEL G.

*“PVD coatings for aircraft turbine blades”*

Advanced Materials and Processes. Vol.140, n°6; pp.18-23; 1991. {I.2.3.2.1}

LAWN B.R., MARSHALL D.B.

*“Hardness, toughness and brittleness: an indentation technique”*

Journal of the American Ceramic Society, Vol.62, n°7-8; pp.347-350; 1979. {III.4.1.2}

LAWN B.R., FULLER E.R.

*“Equilibrium penny like cracks in indentation fracture”*

Journal of Material Science, Vol.10, n°12; pp.2016-2024; 1975. {III.4.1.2}

LAWN B.R., WILSHAW T.R.

*“Fracture of brittle solids”*

Cambridge University Press; 1974. {III.1.1.1.1, III.4.1.1}

LEE E. Y., SISSON R. D. Jr

*“Effect of bond coat oxidation on the failure of TBC”*

Proceedings of the 7th national thermal spray conference, Boston; pp.55-59; 1994. {I.3.1.1}

LEHNERT G., MEINHARDT H.W.

*“New protective coatings for nickel alloys*

Electrodeposition and surface treatments. Vol.1; pp.189-187; 1972/1973. {I.2.3.1, I.2.3.1.2}

LELAIT L.

*“Etude microstructurale fine de revêtements céramiques de type barrière thermique; Incidence sur la résistance thermomécanique de ces revêtements”*

Thèse de Doctorat de l'Université d'Orsay; 1991. {I.2.3.2.2}

LELAIT L., ALPERINE S.

*“TEM investigations of high toughness non equilibrium phases in the  $ZrO_2$ - $Y_2O_3$  system”*



Scripta Metallurgica et Materialia, Vol.25; pp.1815-1820; 1991. {I.2.3.2.2}

LELAIT L., ALPERINE S., DIOT C.

''Etude Microstructurale de Revêtements de Barrière Thermique Réalisés par EBPVD''

Rapport technique ONERA n°3/3729 M; 1991. {I.3.1.1}

LELAIT L., ALPERINE S., MEVREL R.

''Alumina scale growth at zirconia/MCrAlY interface: a microstructural study''

Microscopy of Oxidation, Proceedings of the Institute of Metals, Cambridge, UK; pp.161-168; 1990. {I.3.1.2}

LIFSCHITZ I.M., SLYOZOV V.V., WAGNER C.

''The kinetics of precipitation from supersaturated solid solutions''

Journal of Physical and Chemical Solids. Vol.19, n°6; pp.35; 1961. {I.2.1.1.3, I.2.4}

MALPERTU

''Fatigue mécano-thermique d'un superalliage à base nickel''

Thèse de Doctorat de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris; 1987. {IV.2.1}

MALYSHEV, SALGANIK

1965 {III.2.1.1, III.2.1.2, III.2.3.1}

MANNING M.I.

''Geometrical effects on oxide scale integrity''

Corrosion Science, Vol.21, n°4; pp.301-316; 1981. {V.3.2.2.1}

MARSHALL D.B., COX B.N., EVANS A.G.

Journal of Mechanics and Physics of Solids, Vol.34; p.167; 1986 {II.1.4}

MEIER S.M., NISSLEY D.M., SHEFFLER K.D.

''Thermal barrier coating life prediction model development: phase II''

NASA CR 189111, 1991 {I.2.3.2.3, IV.1.2.2}

MESSAOUDI K.

''Croissance et rupture des couches d'alumine développées à haute température sur des alliages FeCrAl''

Thèse de Doctorat de l'Université de Paris XI Orsay; 1997. {V.2.4}

MEVREL R.

''High temperature protective coatings: recent trends''

Proceedings of the 68th Meetings on the Structures and Materials Panel of AGARD, Ottawa, Canada; 1989. {I.1.2}

MEVREL R., DURET C., PICHOR R.

''Pack cementation processes''

- Material Science and Technology, Vol. 2; pp.201-206; 1986. {I.2.2.2}
- MILLER R.  
*"Oxidation based model for TBC life"*  
 Journal of the American Ceramic Society, Vol.67, n°8; pp.517-521; 1984. {IV.1.2.2}
- NAIRN J.A., SUNG-RYONG K.  
*"Fracture mechanics analysis of multiple cracking in coatings"*  
 Engineering Fracture Mechanics, Vol.42, n°1; pp.195-208; 1992. {II.1.4}
- NICOLL A.R., WAHL G., HILDEBRANDT U.W.  
*"Ductile-brittle transition of high temperature coatings for turbine blades"*  
 Materials and Coatings to resist high temperature corrosion, A. Rahmels Eds., Chap.15; pp.213-252; 1977. {II.2.1}
- NIX W.D.  
 Metallurgical Transactions, Vol.A20; p.2217; 1989. {V.2.4}
- NOEBE R.D., BOWMAN R.R., CULLERS C.L., RAJ S.V.  
*"High temperature ordered intermetallic alloys IV"*  
 Materials Research Society Symposium Proceedings, Ed. L. Johnson et al, Vol.213; pp.589-596; 1991. {I.2.3.1.3}
- NOEBE R.D., BOWMAN R.R., NATHAL H.V.  
*"Physical and mechanical properties of B2 compound NiAl"*  
 International Materials Review, Vol.38, n°4; pp.193-232; 1993. {I.2.3.1.3}
- OXX G.W.  
 Prod. Eng., Vol.29; p.61; 1958. {V.2.1}
- PALMQVIST  
 {III.4.1.1}
- PERRUCHAUT P., VILLECHAISE P., MENDEZ J.  
*"Fatigue damage of the <001> AM1 single crystal superalloy at 950°C"*  
 Proceedings of Fatigue'96. 6th International Fatigue Congress, Berlin, Germany, Pergamon Press; pp.801-806; 1996. {IV.1.2.1}
- PETCH N.J.  
 Journal of the Iron and Steel Institute, Vol.173; pp.25-36; 1953. {I.2.3.1.3, II.2.3.2.2}
- PIERRAGHI B., RAPP R.A.  
*"Stress generation and vacancy annihilation during scale growth limited by cation-vacancy diffusion"*  
 Acta Metallurgica, Vol.36, n°5; pp.1281-1289; 1988. {V.3.1.1.1}

PILLING N.B., BEDWORTH R.E.

Journal of the Institute of Metals, Vol.29; pp.529-582; 1923. {V.3}

PINEAU A.

Acta Metallurgica et Materialia, Vol.24; p.559; 1976. {I.2.1.4, IV.3.3.5}

PINT B.A.

*''On the formation of interfacial and internal voids in  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> scales''*

Oxidation of Metals, Vol.48, n°3,4; pp.303-328; 1997. {I.3.1.1, I.3.1.2, V.5.1}

PINT B.A., MARTIN J.R., HOBBS L.W.

Oxidation of Metals, Vol.39; p.167; 1993. {I.3.1.1, I.3.1.2, V.5.1}

POUBANNE P.

*''Etude et modélisation du comportement mécanique d'un superalliage monocristallin pour aubes de turbine''*

Thèse de Doctorat de l'Ecole Centrale de Paris; 1989. {I.2}

QUADDAKERS W.J., HOLZBRECHER H., BRIEFS K.G., BESKE H.

Oxidation of Metals, Vol.32; p.67; 1989. {I.3.1.1, I.3.1.2, V.3.1.1, V.5.1}

RAJ R., ASHBY M.F.

*''Intergranular fracture at elevated temperature''*

Acta Metallurgica, Vol.23; pp.653-667; 1975. {V.5.2.1.2, V.5.2.3}

REDDY K.P.R., SMIALEK J.L., COOPER A.R.

Oxidation of Metals, Vol.17; p.429; 1982. {I.3.1.2}

REGER M., FRANCOIS M., REMY L.

Physical Chemistry of the Solid State: Application to Metals and their Compounds, Lacombe Eds., Elsevier, Amsterdam; pp.413-420; 1984. {II.7.3.3}

REGER M., REMY L.

*''Fatigue Oxidation in IN100 Superalloy''*

Metallurgical Transactions, n°19A; pp.2259-2268; 1988. {IV.3.4.1, V.4.1.2}

REMY L.

*''Oxidation effect in high temperature creep and fatigue of engineering alloys''*

Proceedings of The International Conference on Corrosion-Deformation Interactions, Fontainebleau, France; pp.425-459; 1986. {IV.1}

REMY L., HANRIOT F., CHATAIGNER E., ESPIE L., FLEURY E.

*''Fatigue anisotherme de monocristaux de superalliage à l'état nu ou revêtu''*

Colloque National des Superalloys Monocristallins; pp.158-169; 1995. {IV.1.2.2}

REMY L., REZAI-ARIA F., DANZER R., HOFFELNER W.

*''Comparison of life Prediction Methods in MAR-M509 under High Temperature Fatigue''*

Low cycle fatigue ASTM STP 942, Solomon, Halford, Kaisand Eds. American Society for Testing and Materials, Philadelphia; pp.1115-1132; 1988. {II.7.3.2}

REUCHET J., REMY L.

*''High temperature low cycle fatigue of MAR M509 superalloy II: the influence of oxidation at high temperature''*

Materials Science and Engineering, Vol.58; pp.33-42; 1983. {II.7.3.3, IV.1.2.2}

REZAI-ARIA F., FRANCOIS M., REMY L.

*''Thermal fatigue of MAR-M509 superalloy-I. The influence of specimen geometry''*

Fatigue Fracture Engineering Materials and Structures, Vol.11, n°4; pp.277-289; 1988. {IV.1.1}

RHINES J.N., WOLF J.S.

*''The role of oxide microstructure and growth stresses in the high temperature scaling of Ni''*

Metallurgical Transactions, Vol.1; pp.1701-1710; 1971. {I.3.1.1, V.3.1.2.1}

RHYS-JONES T.N.

*''Protective oxide scales on superalloys and coatings used in gas turbine blade and vane applications''*

Materials Science and Technology, Vol.4; pp.421-430; 1988. {I.1.2}

RHYS-JONES T.N., TORIZ F.C.

*''Thermal barrier coatings for turbine applications in aero engines''*

High Temperature Tecnology, Vol.7, n°2; pp.73-80; 1989. {I.2.3.2.2}

RICE J. R.

*''Elastic fracture mechanics concept for interfacial cracks''*

Journal of applied mechanics, Vol.55; 1988. {III.2.1.1, III.2.1.3}

RICE J.R., SIH G.C.

*''Plane problems of cracks in dissimilar medias''*

Journal of Applied Mechanics, Vol.32; pp.418-423; 1965. {III.2.1.1, III.4.2}

RICKERBY D.S.

*''Review of the methods for the measurement of coating-substrate adhesion''*

Surface Coatings and Technology, Vol.36; pp.541-557; 1988. {III.3.1}

RICKERBY D.S., LAW H.C.

*''Towards designer surfaces in the aero gas turbines''*

4th European Propulsion Forum, Bath, Royal Aeronautical Society; 1993. {I.1.2}

ROBERTSON J., MANNING M.I.

Materials Science and Technology, Vol.6; p.81; 1990.

{I.3.1.4, V.3.1.1.1}

ROZNER P., WASILEWSKI R.J.

*''Tensile properties of NiAl and TiAl''*

Journal of the Institute of Metals, Vol.94; p.169; 1966.

{I.2.3.1.3}

RUSOVIC N., WARLIMONT H.

Phys. Status Solidi Vol.44; pp.609-619; 1977.

{I.2.3.1.3}

SAMSONOV G.V.

*''The oxide handbook''*

IFI/Plenum, New-York, Samsonov g.v. Eds; 1973.

{I.3.1.4}

SCHULSON E.M., BARKER D.R.

*''Brittle to ductile transition in NiAl of a critical grain size''*

Scripta Metallurgica, Vol.17; pp.519-522; 1983.

{I.2.3.1.3, II.2.3.2.2}

SCHUTZE M.

Materials Science and Technology, Vol.6; p.32; 1990.

{I.3.1.4, V.3.1.1.1}

SCHUTZE M.

*''Mechanical properties of oxide scales''*

Oxidation of Metals, Vol.44, n°1/2; pp.29-60; 1995.

{V.6}

SCHUTZE M.

*''Protective oxide scales and their breakdown''*

D.R. Holmes Ed., John Wiley and Sons; 1997.

{V.7.4.3.1}

SHIH C.F., ASARO R.J.

*''Elastic plastic analysys of cracks on bimaterial interfaces. Part I: small scale yielding''*

Journal of Applied Mechanics, Vol.55; pp.299-316; 1988.

{III.2.1.2}

SCHUTZE M., SAITO Y., ONAY B., MARUYAMA T.

*''High temperature corrosion of advanced materials and protective coatings''*

Proc. Int. Symp. on Solid State Chemistry of Advanced Materials, Tokyo, Japan, Y.Saito, B.Onay, T.Maruyama Eds., Elsevier, Amsterdam; p.39; 1992.

{III.5.4.3}

SINGHEISER L., STEINBRECH R., QUADDAKERS W.J., CLEMENS D., SIEBERT B.

*''Thermal barrier coatings for gas turbine applications. Failure mechanisms and lifetime prediction''*

Proceedings of the 6<sup>th</sup> Liège Conference on Materials for Advanced Power Engineering; pp.977-996; 1998.

{V.3.1.2.3}

SMEGGIL J.G.

*''Coating for directionally solidified g/g+a eutectics''*

United Technology Research Center, Contrat n°62269-780-0311; 1980.

{I.2.3.1.3}

SMEGGIL J.G., FUNKENBUSCH A.W., BORNSTEIN N.S.

Metallurgical Transactions, Vol. A17; pp.923; 1986.

{III.3.1.3}

SMELSER R.E.

*''Evaluation of stress intensity factors for bimaterial bodies using numerical crack flank displacement data''*

International Journal of Fracture, Vol. 15, n°2; pp.135-143; 1979.

{III.1.3}

SMELZER W.W., HAERING R.R., KIRKALDY J.S.

Acta Metallurgica et Materialia, Vol. 9; pp.880-885; 1961.

{III.1.3}

SMIALEK J.L.

*''Sulphur impurities and the structure of alumina scales''*

Microscopy of Oxidation, Vol.3; 1996.

{I.3.1.1, I.3.1.2}

SMIALEK J.L., JAYNE D.T., SCHAEFFER J.C., MURPHY W.H.

*''Effects of hydrogen annealing, sulphur segregation and diffusion on the cyclic oxidation resistance of superalloys: a review''*

Thin Solid Films, Vol.253; pp.285-292; 1994.

{I.3.1.2}

SMIALEK J.L., BROWNING R., MUNIR Z.A., CUBICIOTTI D.

NASA T.M. 87168; 1985.

{I.3.1.3}

SMIALEK J.L., GIBALA R.

*''Diffusion processes in Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> scales: void growth, grain growth and scale growth''*

High Temperature Corrosion, R.A. Rapp Eds., NACE, Houston, Texas; pp.274-283; 1983.

V.5.1}

{I.2.1.3,

SMITH E.

Proceedings of the Conference on Physical Basis of Yield and Fracture, Institute of the Physical Physics Society, Oxford; p.36; 1966.

{II.2.3.2.2}

SPEIGHT M.V., HARRIS J.E.

*''Kinetics of stress-induced growth of grain boundary voids''*

Metal Science Journal, Vol.1; pp.83-85; 1967.

{V.5.2.1.2}

SPRIGGS R.M., VASILOS T.

Journal of the American Ceramic Society, Vol.47; p.47; 1963. {I.3.1.4}

SROLOVITZ D.J., RAMANARAYANAN T.A.

Oxidation of Metals, Vol.22; pp.133-146; 1984. {V.3.1.2.1}

STOTT F.H., WOOD G.C.

Materials Science and Technology, Vol.4; pp.1072-1078; 1988. {V.3.1.2.1}

STOUT J.H., GERBERICH W.W., LIN S., LII M.

*''Fundamental aspects of high temperature corrosion''*

D.A.Shores, G.J.Yurek Eds., The Electrochemical Society, Pennington, New-Jersey; p.172; 1986. {V.2.1}

STRANGINAN T.E., NEUMANN J., LIV A.

*''TBC life prediction model development''*

NASA CR 179648; 1987. {IV.1.2.2}

STRINGER J.

Corrosion Science, Vol.10; pp.513-543; 1970. {V.3.1.1.1}

STROH A.N.

Proceedings of the Royal Society, Vol.223A; p.404; 1954. {II.2.3.2.2}

SUO Z., HUTCHINSON J.W.

*''Steady-state cracking in brittle substrate beneath adherent films''*

International Journal of Solids and Structures, Vol.25, n°11; pp.1337-1353; 1989. {II.1.1}

SWAIN M.V.

*''Further studies on environment sensitive hardness and machinability of  $Al_2O_3$ ''*

Journal of the American Ceramic Society, Vol.58, n°9; pp.372-376; 1976. {III.4.1.2}

TABOR D.

*''The hardness of metals''*

Clarendon Eds, Oxford; 1951. {III.4.1.1}

TEIXEIRA V., ANDRITSCHKY M., GRUHN H., MALLENER W., BUCHKREMER H., STIVER D.

*''Failure of PVD/plasma sprayed thermal barrier coatings during thermal cycling''*

Proceedings of the 8th national thermal spray conference, Houston; pp.515-520; 1995. {IV.1.1, V.1}

THOULESS M.D.

Journal of the American Ceramic Society, Vol.73; p.2144; 1990. {II.1.4, V.7.4.3.2}

- THOULESS M.D., OLSSON E., GUPTA A.  
*''Cracking of brittle films on elastic substrates''*  
 Acta Metallurgica and Materialia, Vol.40, n°6; pp.1287-1292; 1992 {II.1.4}
- TIEN J.K., PETTIT F.S.  
 Metallurgical Transactions, Vol.3; p.1587; 1972. {I.3.1.2}
- TIMOSHENKO S.P., GOODIER J.N.  
*''Theory of elasticity''*  
 McGraw-Hill Ed., New-York; p.443; 1950. {V.2.2}
- TOMKINS B.  
*''Fatigue crack propagation: an analysis''*  
 Philosophical Magazine, Vol.18; pp.1041-1066; 1968. {II.7.3.1}
- TOTEMEIER T.C., KING J.E.  
*''Isothermal fatigue of an aluminide-coated single crystal superalloy : part I''*  
 Metallurgical and Material Transactions A, Vol.27A; pp.353-361; 1996. {IV.1.2.1}
- TOUATI A., ROELANDT J.M., ARMANET F., BERANGER G.  
 Proc. Int. Conf. Adv. Mat (ICAM-91), North-Holland, Amsterdam; p.233; 1992. {V.3.2.1.1}
- UNAL O., MITCHELL T.E., HEUER H.  
*''Microstructures of  $Y_2O_3$ -stabilized  $ZrO_2$  electron beam physical vapor deposition coatings on Ni-base superalloys''*  
 Journal of the American Ceramic Society, Vol.77, n°4; pp.984-992; 1994. {I.2.3.2.3}
- VASSEUR E.  
*''Fatigue anisotherme et microstructure de superalliages colonnaires''*  
 Thèse de Doctorat de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris; 1993. {II.7.3.2}
- VERSNYDER F.L.  
*''Superalloy Tecnology: today and tomorrow''*  
 Journal of the American Ceramic Society, Vol.77, n°4; pp.984-992; 1994. {I.1.1}
- VEYS J.M., RIVIERE A., MEVREL R.  
*''Mechanical properties of LPPS NiCoCrAlYTa alloys''*  
 First Plasma Technique Symposium, Lucerne, Suisse, Vol.2; pp.115-123; 1988. {II.2.2.1}
- WAGNER C.  
 Atom movements, Cleveland, Ohio, American Society of Metals; pp.153-173; 1951. {V.3.1.1, V.3.1.2.1}
- WAGNER C.



- Journal of the Electrochemical Society, Vol.99; pp.369-380; 1952. {V.3.1.1}
- WARD G., HOCKENHULL B.S., HANCOCK P.  
Metallurgical Transactions, Vol.5; pp.1451-1455; 1974. {IV.3.4.1, V.4.1.2}
- WASILEWSKI R.J.  
"*Elastic constants and Young's modulus of NiAl*"  
Transactions of the metallurgical society AIME Vol.236; pp.455; 1966. {I.2.3.1.3}
- WASILEWSKI R.J., BUTLER S.R., HANLON J.E.  
"*Plastic Deformation of Single-Crystal NiAl*"  
Transaction of the Metallurgical Society of AIME. Vol.239; pp.1357-1365; 1967. {II.2.2.1}
- WEIBULL J.  
Journal of Applied Mechanics, Vol.18; pp.293-297; 1951. {II.2.4.1}
- WHITTENBERGER J.D  
"*Influence of grain size and composition on 1000 to 1400K slow plastic flow properties of NiAl*"  
Journal of Material Science, Vol.23; pp.235-240; 1988. {I.2.3.1.3, II.3.4.2.2}
- WILLIAMS M.L.  
"*Stresses around a fault or crack around dissimilar medias*"  
Bull. Seismol. America, Vol.49; pp.199-204; 1959. {III.2.1.1}
- WILLIS J.R.  
"*Fracture mechanics of interfacial cracks*"  
Journal of Mechanics and Physics of Solids, Vol.19; pp.353-368; 1971. {III.4.2}
- WRIGHT P.K.  
"*Influence of cyclic strain on PVD TBC life*"  
Proceedings of the TBC Workshop Congress, Cincinnati, Ohio; pp.73-81; 1997. {IV.1.2.2}
- ZAK A.R., WILLIAMS M.L.  
"*Crack point singularities at a bimaterial interface*"  
Journal of Applied Mechanics, Vol.30; pp.142-143; 1963. {II.1.1}
- ZHAO J.G., ZHANG Y.J.  
"*New experimental method for growth stress measurement*"  
Materials Science and Engineering A120; pp.245-250; 1989. {V.3}



## Annexe 1

### Préparation des échantillons de barrière thermique



## 1. Conservation de l'échantillon

A l'issue d'un essai, la tenue de la barrière thermique, si elle est encore présente, peut s'avérer extrêmement précaire. Les éprouvettes doivent être manipulées avec de grandes précautions. C'est pourquoi, après avoir réalisé l'examen de la surface de l'éprouvette, il est préférable de procéder au plus vite à une imprégnation sous vide de l'éprouvette toute entière avec de la résine EPOFIX.

Si l'éprouvette est écaillée, des éclats doivent être recueillis afin de pouvoir examiner la morphologie de la face interne de l'éclat qui se trouvait du côté du substrat.

Afin de préserver l'intégrité de la surface de l'éprouvette écaillée, celle-ci est revêtue d'un dépôt de nickel par voie électrolytique. Afin de faciliter la conduction entre l'éprouvette, qui peut être recouverte d'oxyde et l'électrolyte, un dépôt d'or-palladium doit être réalisé par dépôt physique en phase vapeur (PVD).

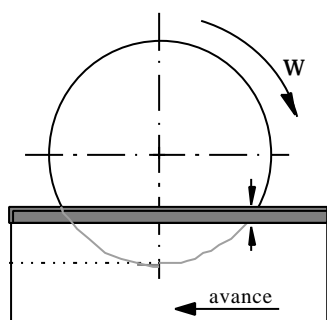
Ce dépôt améliore également l'accrochage entre le revêtement de nickel et l'éprouvette. Il est en effet important qu'il n'existe pas d'espace trop important entre ces deux couches lors du polissage, pour éviter les effets de bords d'une part et des effets de ressuage au nettoyage d'autre part.

## 2. Découpe

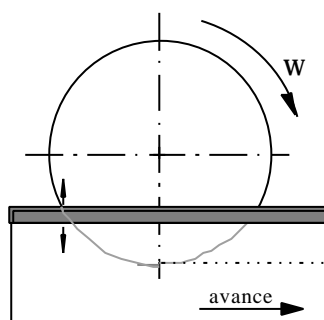
La découpe des éprouvettes imprégnées de résine est réalisée avec une meule au bore. Le sens de la découpe est d'autant plus important que la barrière thermique est fragile. La meule doit pénétrer dans l'éprouvette du côté de la barrière thermique et le mode d'usinage doit être l'avalant (figure A1-1). La découpe d'une éprouvette de révolution sur laquelle les deux génératrices opposées doivent être observées doit donc se faire en deux passes après avoir retourné l'éprouvette. Il faut éviter la situation d'usinage en opposition qui mettrait la barrière thermique en tension.

## 3. Polissage

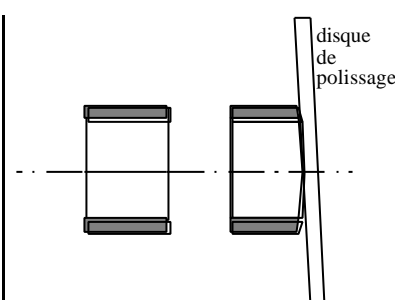
La règle principale concernant le polissage est aussi de maintenir la barrière thermique en compression. Lorsque deux faces opposées doivent être examinées, il faut donc réaliser deux facettes, séparées par un angle très obtu (figure A1-2).



**Figure A1-1:** Usinage en avalant



**Figure A1-1:** Usinage en opposition



**Figure A1-2:** Polissage en facettes



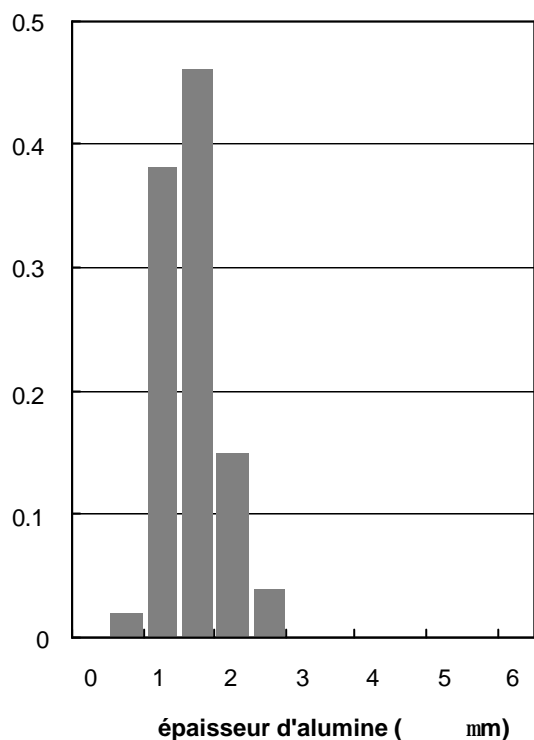
## Annexe 2

### Histogrammes

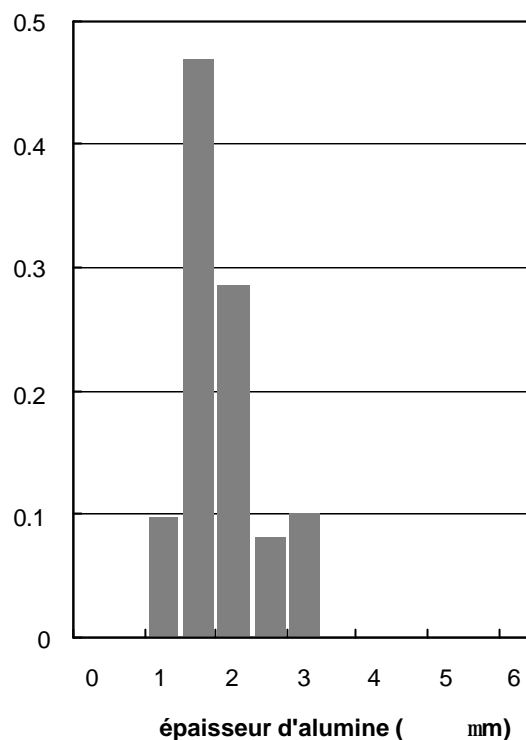




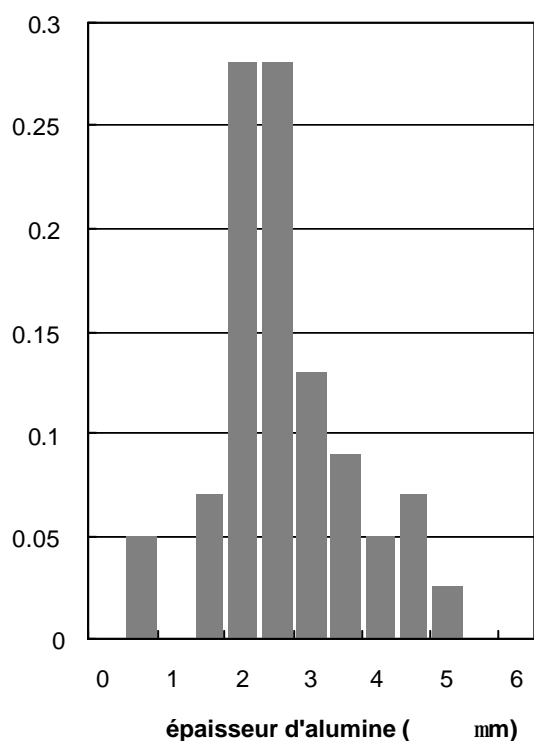
## Épaisseurs d'alumine sur échantillons plans en oxydation statique



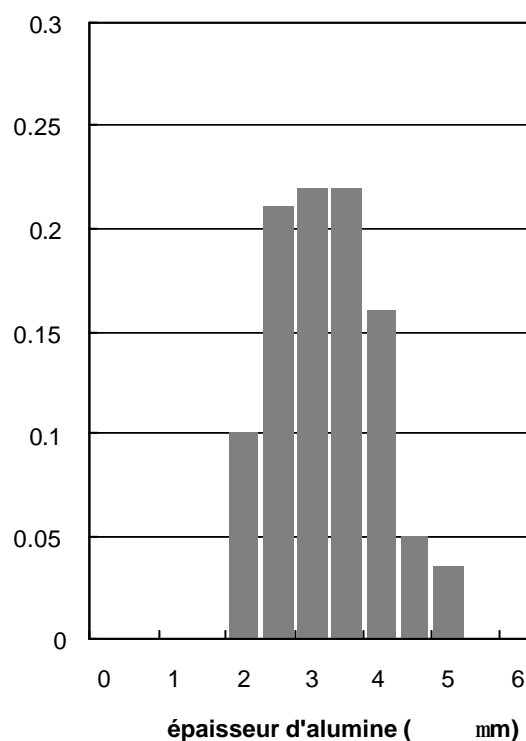
Vieillissement 8h, zone centrale de l'éprouvette, rayon de la section transverse=3mm.



Vieillissement 15h, zone centrale de l'éprouvette, rayon de la section transverse=3mm.

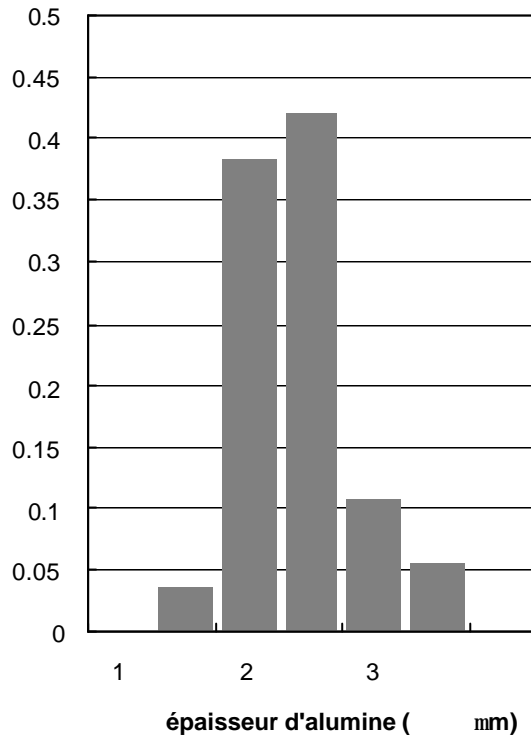


Vieillissement 8h, zone centrale de l'éprouvette, rayon de la section transverse=3mm.

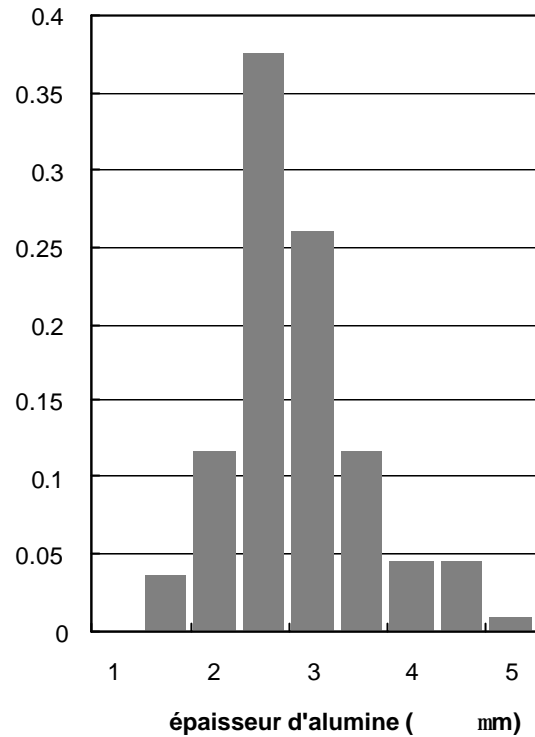


Vieillissement 15h, zone centrale de l'éprouvette, rayon de la section transverse=3mm.

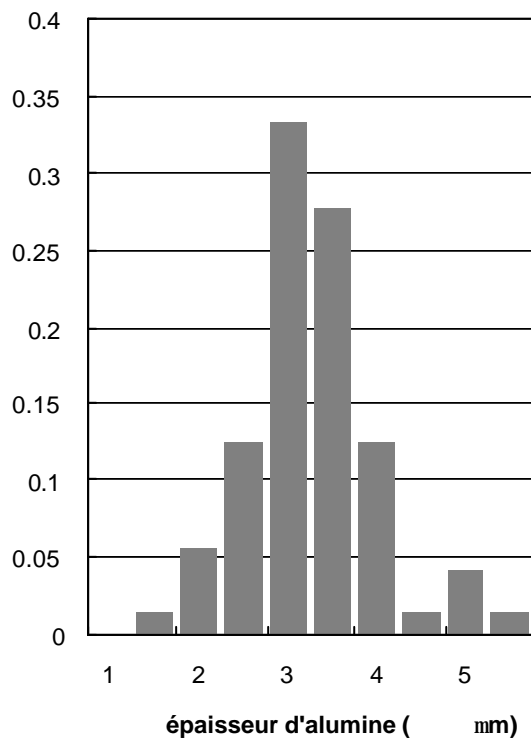
### Épaisseurs d'alumine en oxydation statique sur éprouvettes AG2C.



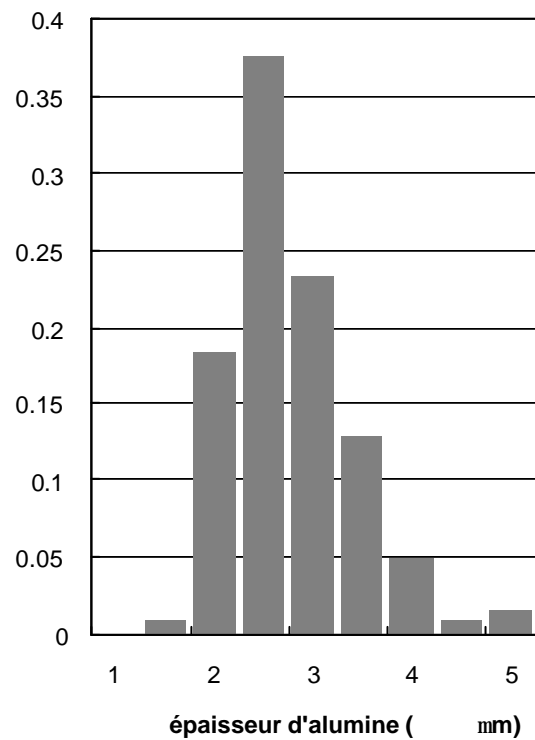
Vieillissement 4h, zone centrale de l'éprouvette AG2C, rayon de la section transversale=3mm.



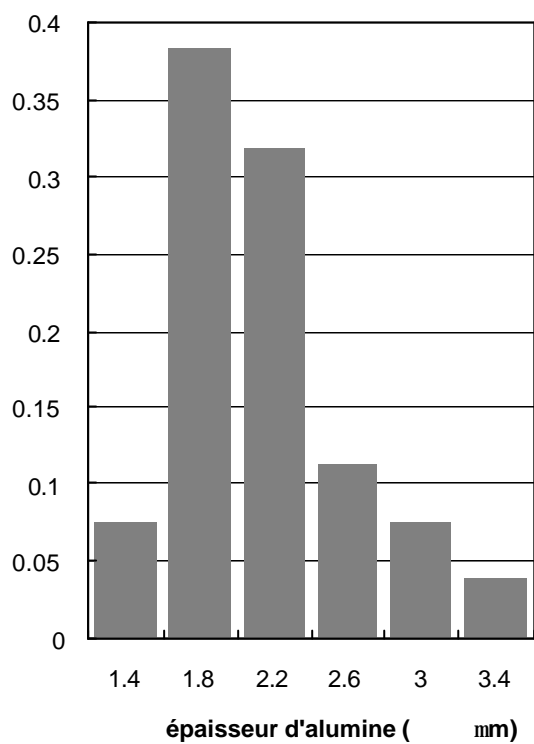
Vieillissement 8h, zone centrale de l'éprouvette AG2C, rayon de la section transversale=3mm.



Vieillissement 15h, zone centrale de l'éprouvette AG2C, rayon de la section transversale=3mm.

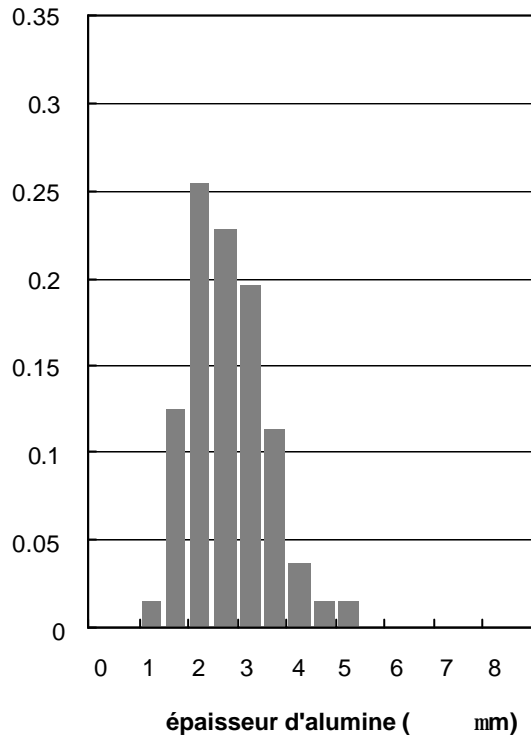


Vieillissement 15h, bord latéral de l'éprouvette AG2C, rayon de la section transversale=10mm.

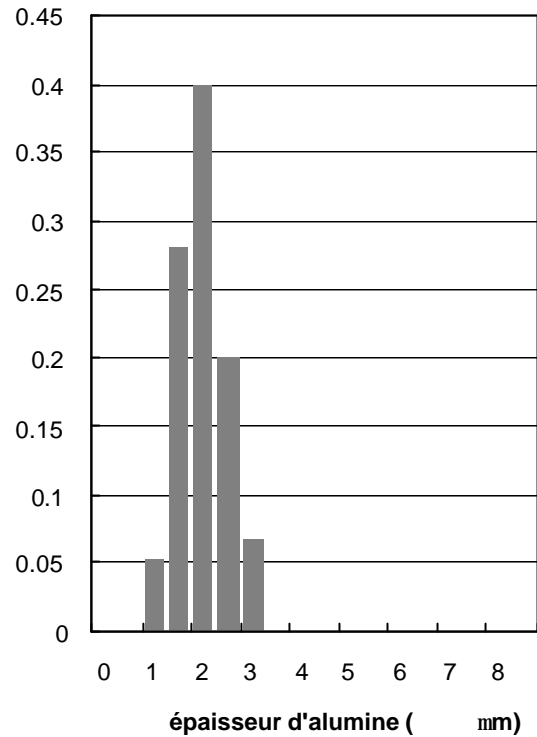
**Épaisseurs d'alumine en oxydation statique sur éprouvette cylindrique.**

Vieillissement 15h, éprouvette cylindrique de rayon  
R=3mm.

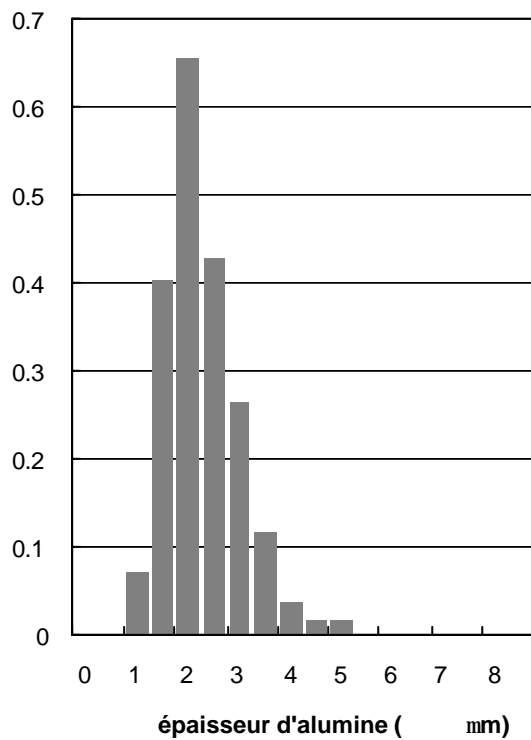
## Épaisseurs d'alumine en fatigue oligocyclique isotherme



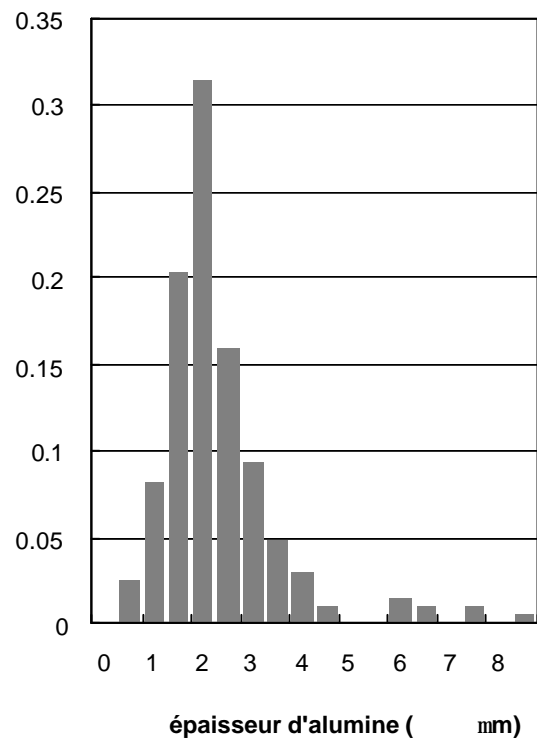
Cycle triangle,  $\Delta\epsilon_m = 0,75\%$ , demi-durée de vie, 2032 cycles, zone non délaminée.



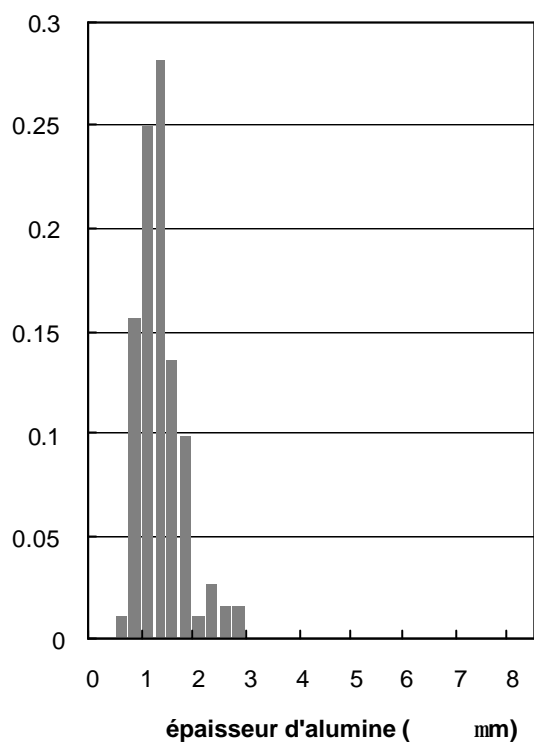
Cycle triangle,  $\Delta\epsilon_m = 0,75\%$ , demi-durée de vie, 2032 cycles, zone délaminée.



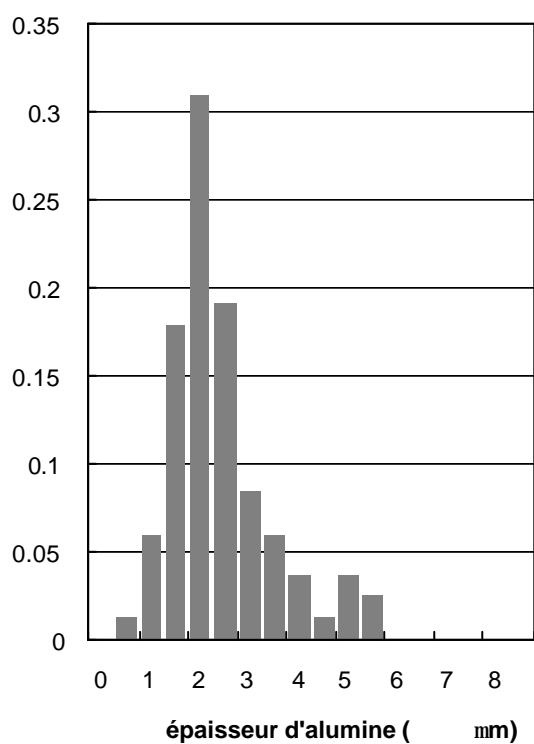
Cycle triangle,  $\Delta\epsilon_m = 0,75\%$ , demi-durée de vie, 2032 cycles, zone non délaminée et zone délaminée.



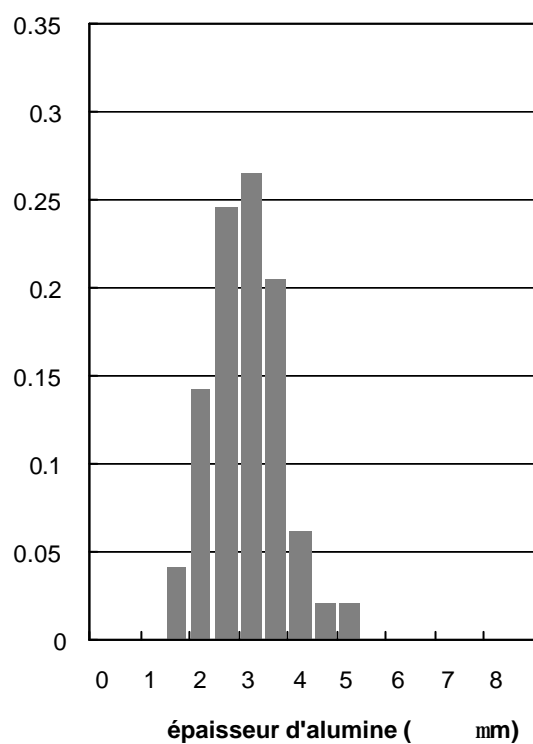
Cycle triangle,  $\Delta\epsilon_m = 0,75\%$ , durée de vie, 6063 cycles.



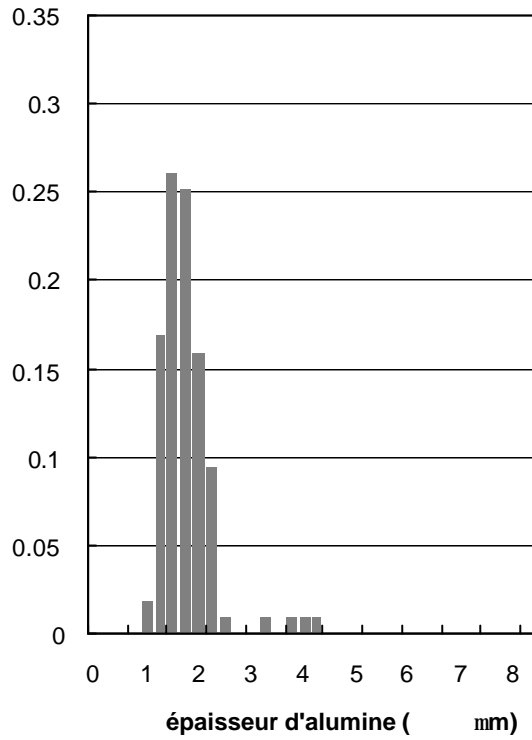
Cycle triangle,  $\Delta\epsilon_m = 1,6\%$ , durée de vie, 550 cycles,



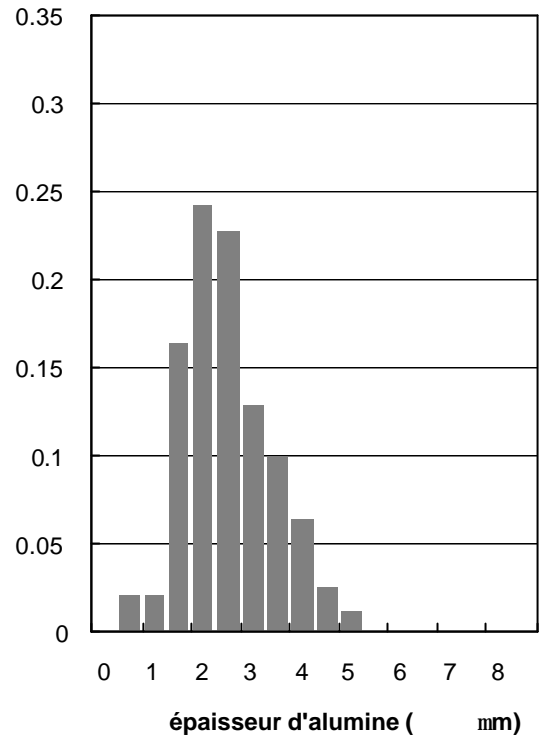
Cycle maint.tens.,  $\Delta\epsilon_m = 0,75\%$ , demi-durée de vie, 582 cycles,



Cycle maint.tens.,  $\Delta\epsilon_m = 0,75\%$ , durée de vie, 1176 cycles,

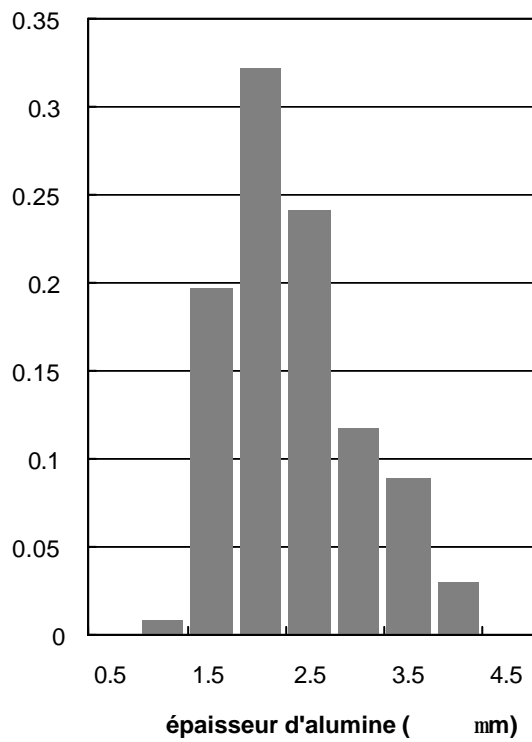


Cycle maint.tens.,  $\Delta\epsilon_m = 1,6\%$ , durée de vie, 113 cycles,

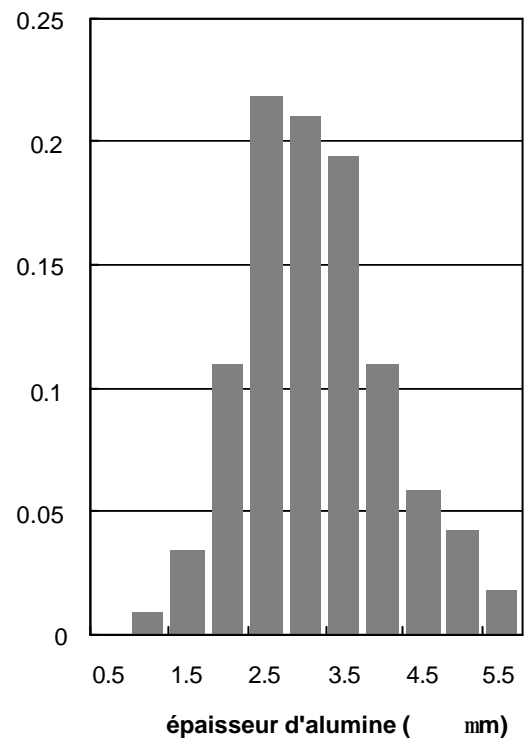


Cycle maint.comp.,  $\Delta\epsilon_m = 1,6\%$ , demi-durée de vie, 100 cycles,

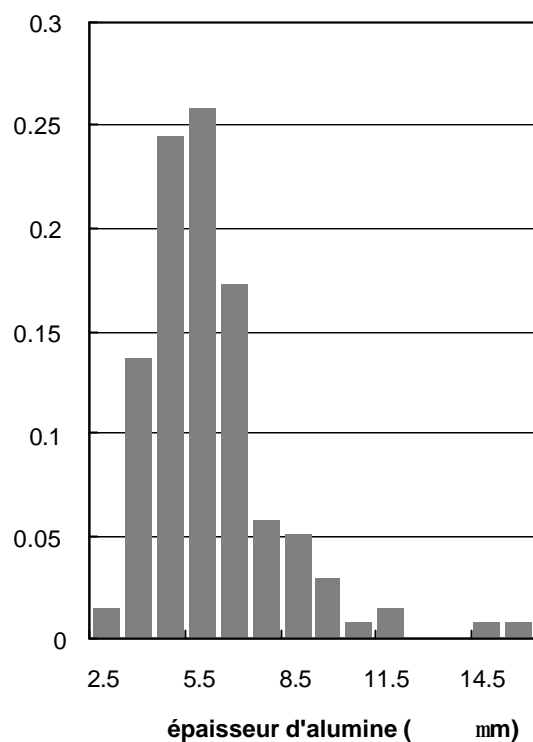
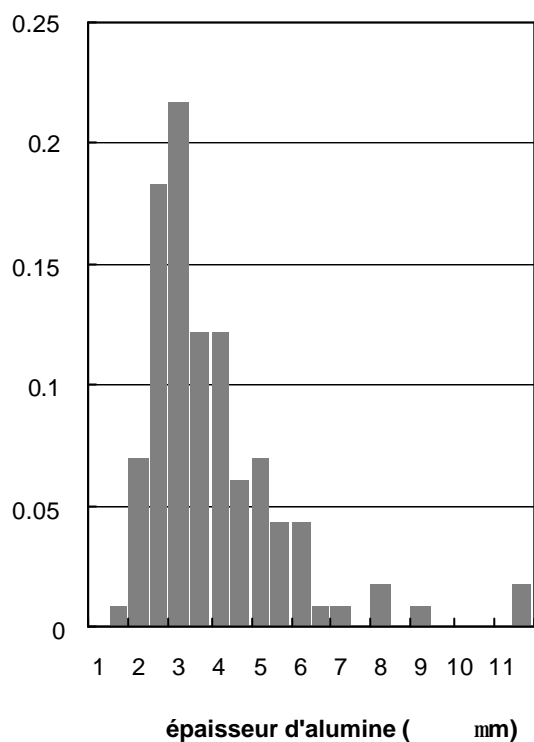
### Épaisseurs d'alumine en fatigue mécano-thermique



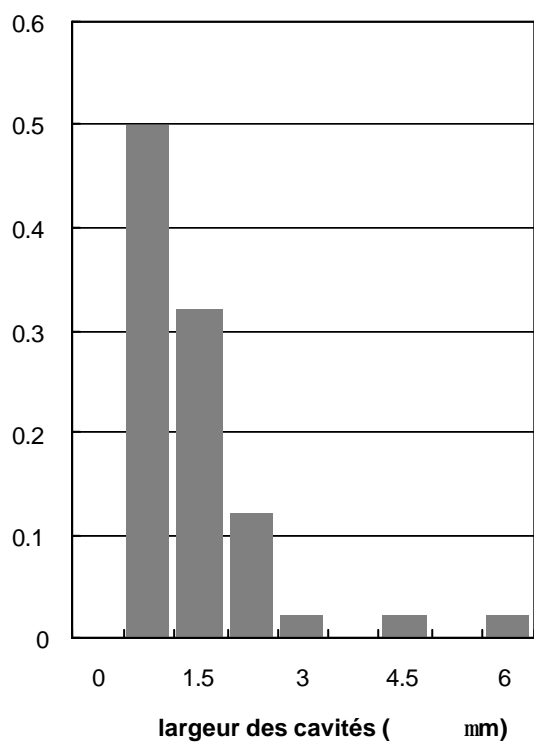
54 cycles,



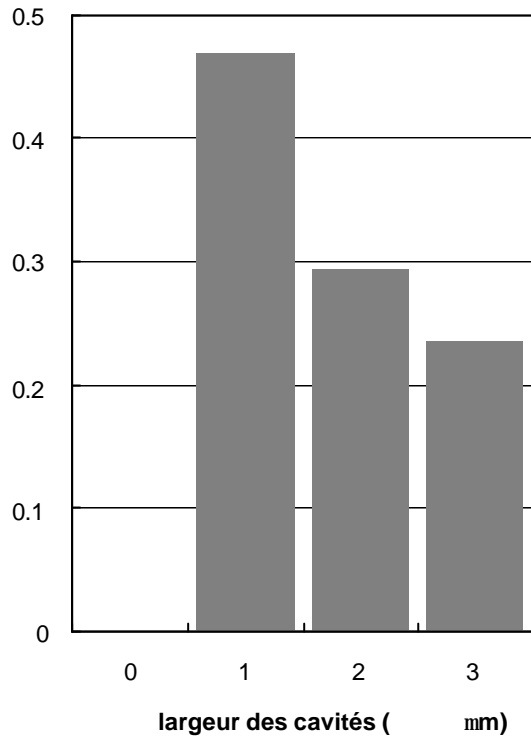
125 cycles,



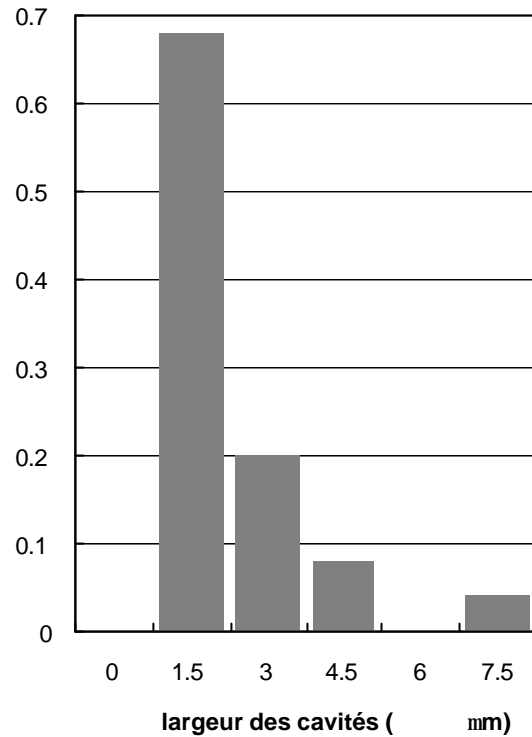
### Largeurs curvilignes des cavités sur échantillon plan en oxydation statique



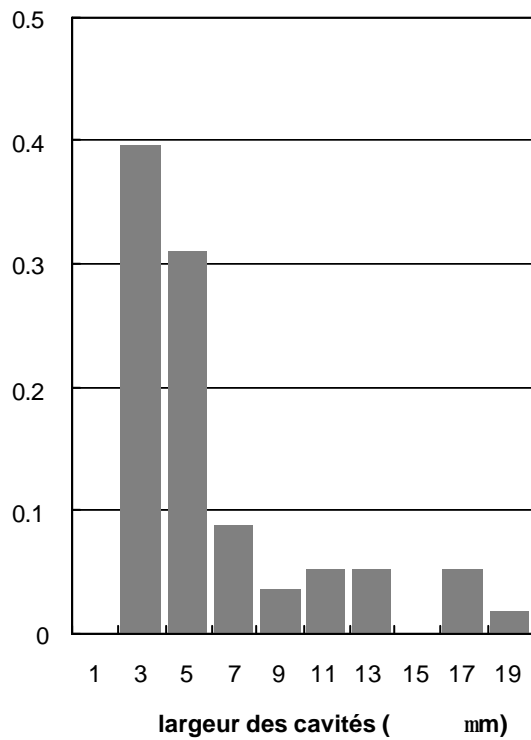
## Largeurs curvilignes des cavités sur éprouvettes AG2C



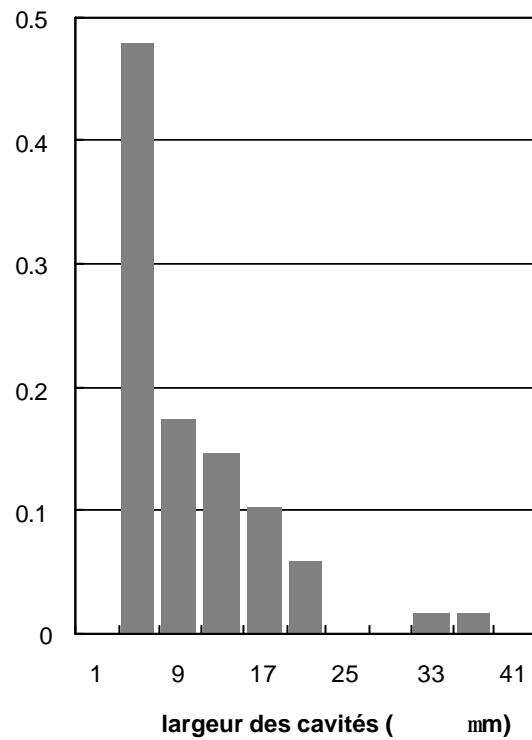
Eprouvette brute, milieu de l'éprouvette, rayon de la section transverse=3mm.



Vieillissement 4h, milieu de l'éprouvette, rayon de la section transverse=3mm.

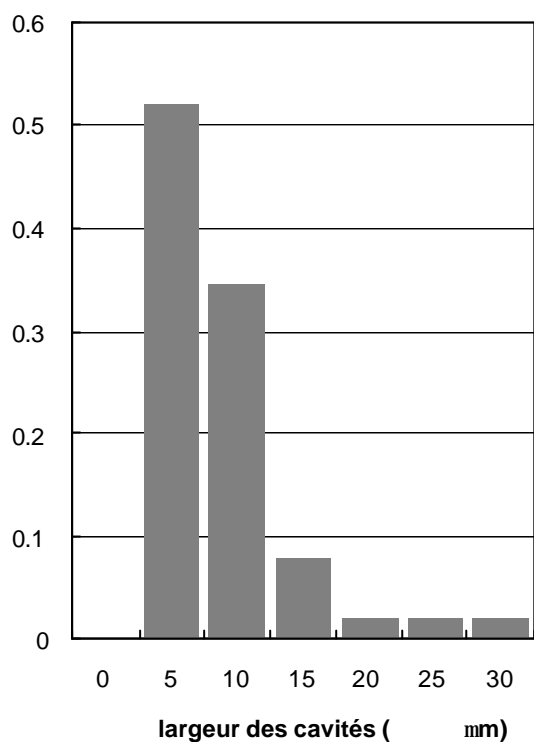


Vieillissement 8h, milieu de l'éprouvette, rayon de la section transverse=3mm.



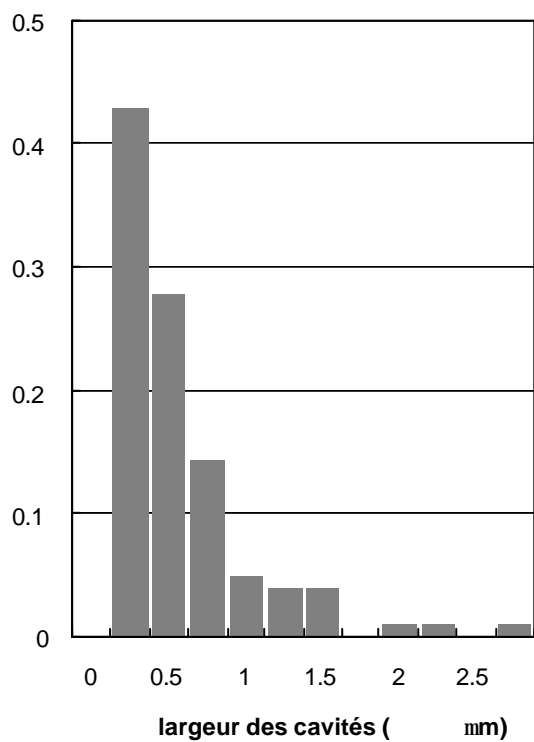
Vieillissement 15h, milieu de l'éprouvette, rayon de la section transverse=3mm.



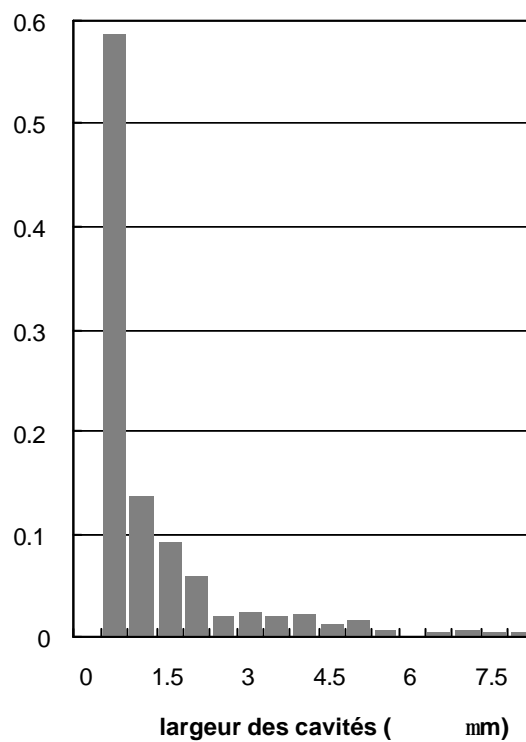


Vieillessement 15h, bord latéral de l'éprouvette, rayon de la section transverse=10mm.

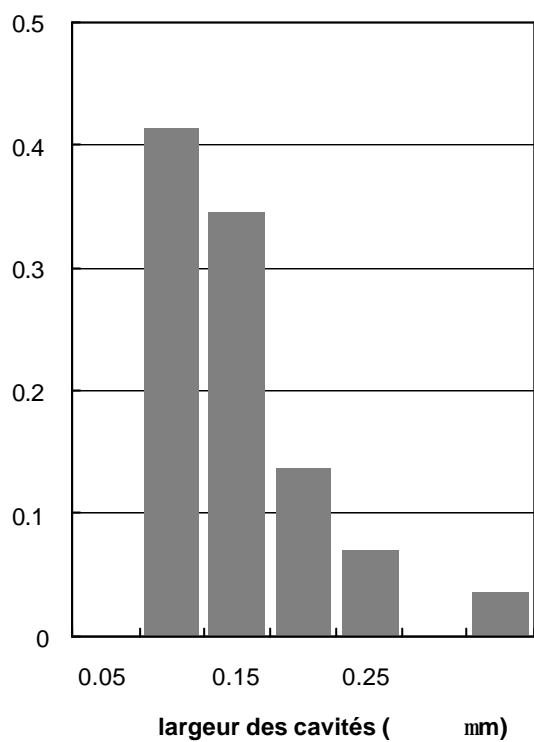
### Largeurs curvilignes des cavités en fatigue oligocyclique isotherme



Cycle triangle,  $\Delta\epsilon_m = 1,6\%$ , durée de vie, 550 cycles,



Cycle triangle,  $\Delta\epsilon_m = 0,75\%$ , demi-durée de vie, 2032 cycles.



Cycle maint.tens.,  $\Delta\epsilon_m = 1,6\%$ , durée de vie, 113 cycles,

## Annexe 3

### Identification des paramètres de la loi de Basquin



**program** identification\_V13;

**type** boolean = (false, true);

**const**

module\_de\_weibull = 25;  
 larg\_fic = 7; *{nombre de colonnes du fichier d'entree fic\_in}*  
 long\_fic = 22; *{nombre de lignes du fichier d'entree fic\_in}*  
 rayon = 3; *{rayon de l'éprouvette}*  
 dr = 10e-3; *{épaisseur d'un element}*  
 dteta = 3.3333e-3; *{largeur angulaire d'un element}*  
 nb\_elements = 1884; *{nombre d'elements circonferentiels dans une couche de protection}*  
 Enial = 153; *{module nial à 200°C}*  
 Eam1 = 120; *{module AM1 à 200°C}*  
 a0 = 10e-3; *{taille du défaut initial}*  
 contrainte\_crit = 841.5; *{contrainte critique de la protection}*  
 effet\_orientation = 3; *{Parametre d'orientation des grains}*

**var**

donnee: Text; *{fichier d'entree physique}*  
 fic\_out: Text; *{fichiers de resultat physique}*  
 fic\_acqui: string; *{nom du fichier d'entree dans le code}*  
 nom\_fic\_out: string; *{nom du fichier de resultat dans le code}*  
 fic\_in: array[1..long\_fic, 1..larg\_fic] of real; *{tableau qui contient les données}*  
 lambdamin, lambdamax, paslambda: real; *{parametre de la loi}*  
 bmin, bmax, pasb: real;  
 Nf, Nmin, Nmax: integer; *{nb final de cycles, nb de cycle avant fissuration, nb apres fiss}*

**procedure** lecture\_fichier; *{passage du fichier texte d'acquisition au tableau fic\_in}*

var i, j: integer;

**begin**

writeln('vérifiez que le fichier d'acquisition s'appelle acquitext');  
 fic\_acqui := 'acquitext';  
 reset(donnee, fic\_acqui);  
 for i := 1 to long\_fic do  
 for j := 1 to larg\_fic do  
 read(donnee, fic\_in[i, j]);  
 close(donnee);

**end;**

**procedure** saisie\_donnees;

**begin**

write('Entrez la valeur min de b : '); readln(bmin);  
 write('Entrez la valeur max de b : '); readln(bmax);  
 write('Entrez le pas de b : '); readln(pasb);  
 write('Entrez la valeur min de lambda : '); readln(lambdamin);  
 write('Entrez la valeur max de lambda : '); readln(lambdamax);  
 write('Entrez le pas de lambda : ');  
 readln(paslambda);

**end;**

**function** effet\_de\_volume (i: integer): real;

**begin**

```

    effet_de_volume := exp((-1 / module_de_weibull) * ln(1.061e-6));
    {5+i=nb elements nouvellement casses a l'etape i}

end;

function report_de_charge (i: integer): real;
begin
    report_de_charge := (5 / 3) * exp((i - 1) * ln(7 / 5));
end;

procedure fissuration_d_un_element (petitb, petitlambda: real; sec: integer; var Ntot, state: integer);
    {sec :section calculée; Ntot: nombre de cycles lorsque la contrainte
    corrigée dépasse la contrainte critique corrigée}
var    cycle, ligne, etape: integer;    {nb de cycles, ligne dans le fichier acquis, etape du
    calcul correspondant à l'element en train de se                                fissurer}
    a: real;    {longueur de la fissure}
begin
    cycle := 0;
    a := a0;
    ligne := 1;
    etape := 1;
    while fic_in[ligne, 6] < sec do
        ligne := ligne + 1;
    repeat begin
        repeat begin
            a := a + petitlambda * exp(1 / petitb * ln((fic_in[ligne, 5] * report_de_charge(etape)) /
            (effet_orientation * contrainte_crit * effet_de_volume(etape))));
            cycle := cycle + 1;
            if (cycle > fic_in[ligne, 7]) and (ligne < long_fic) then
                {changement de ligne dans le fic d'acqui si la sequence
                experimentale est finie}
                ligne := ligne + 1;
            end; until ((a - a0) >= etape * 10e-3) or (fic_in[ligne, 6] > sec) or ((ligne = long_fic) and (cycle =
            fic_in[ligne, 7] + 1));
            {la fissure a traverse tout l'element en prop
            stable ou les seq exp sont toutes finies ou on
            arrive a la derniere ligne du fichier}
            if a > etape * 10e-3 then a := (etape + 1) * 10e-3;
            {on casse element par element et jamais
            plusieurs elements en meme temps}
            etape := etape + 1;
        end; until ((fic_in[ligne, 3] * report_de_charge(etape)) >= (effet_orientation * contrainte_crit *
        effet_de_volume(etape))) or (fic_in[ligne, 6] > sec) or ((ligne = long_fic) and (cycle = fic_in[ligne, 7] + 1));
        {on depasse la contrainte critique ou on a une
        des conditions precedentes}
        Ntot := cycle;
        {passage de la variable locale a la variable globale}
        state := etape - 1;
    end;
end;

procedure recherche_intervalle (sec: integer; var petitN, grandN: integer);
    {nombre de cycles avant et apres la fissuration d'une section}
begin
    case sec of
        1: petitN := 12; grandN := 32; 2: petitN := 32; grandN := 132; 3: petitN := 132; grandN := 5132; 4: petitN :=
        1; grandN := 10; 5: petitN := 1; grandN := 10; 6: petitN := 10; grandN := 60; 7: petitN := 10; grandN := 60;

```

---

```

      8: petitN := 5; grandN := 10; 9: petitN := 5; grandN := 10; 10: petitN := 5; grandN := 20; 11: petitN := 20;
      grandN := 100;

end;

procedure identification;
var   section, nb_ensemble: integer;
      b, lambda: real;
begin
  write('Quel est le nom du fichier de resultats? ');
  readln(nom_fic_out);
  writeln;
  rewrite(fic_out, nom_fic_out);      {ouverture en ecriture du fichier de resultats}
  for section := 1 to 9 do begin      {boucle pour calculer chaque section}
    b := bmin                         {initialisation de b et boucle de b min à b max}
    repeat begin
      lambda := lambdamin;            {initialisation de lambda et boucle de
                                     lambda min à lambda max}
      repeat begin
        fissuration_d_un_element(b, lambda, section, Nf, nb_ensemble);
                                     {calcul du nb de cycle}
        recherche_intervalle(section, Nmin, Nmax);
        {definition des bornes acceptables pour le nb de cycle}
        if (Nf <= Nmax) and (Nf > Nmin) then
          {si le nb de calcule est dans les bornes on inscrit le resultat
           dans le fichier de sortie}
          writeln(fic_out, 'Ntot section', section, '=', Nf, '; etape: ',
nb_ensemble, ';   b= ', b : 1 : 2, ';   lambda= ', lambda : 1 :      4);
          lambda := lambda + paslambda;
        end; until lambda >= lambdamax + paslambda;
        b := b + pasb;
      end; until b >= bmax + pasb;
    end;
  end;
  close(fic_out);                     {fermeture du fichier de resultats}
end;

begin
  lecture_fichier;
  saisie_donnees;
  identification;
end.

```





## Annexe 4

Solutions de mécanique de la rupture  
interfaciale élastique





$$\sigma_{x2} = \frac{1}{1 + \eta_2} \left\{ \frac{\mu_2}{\mu_1} (1 + \eta_1) \sigma_{x1} + \left[ 3 - \eta_2 - \frac{\mu_2}{\mu_1} (3 - \eta_1) \sigma_y \right] \right\} \quad (\text{A4-6})$$

Dans la bibliographie, on trouve une confusion concernant la définition du facteur d'intensité de contrainte. Trois définitions sont utilisées dont l'expression A4-1 définie par Rice (1988). La définition originelle de Rice et Sih (1965) était:

$$\sigma_y + i\tau_{xy} = \frac{K_1^* + iK_2^*}{\sqrt{2\pi r}} (r)^{i\varepsilon} \quad (\text{A4-7})$$

$$K_1^* + iK_2^* = (\sigma_y + i\tau_{xy}) (1 + 2i\varepsilon) \sqrt{\pi a} (2a)^{-i\varepsilon} \quad (\text{A4-8})$$

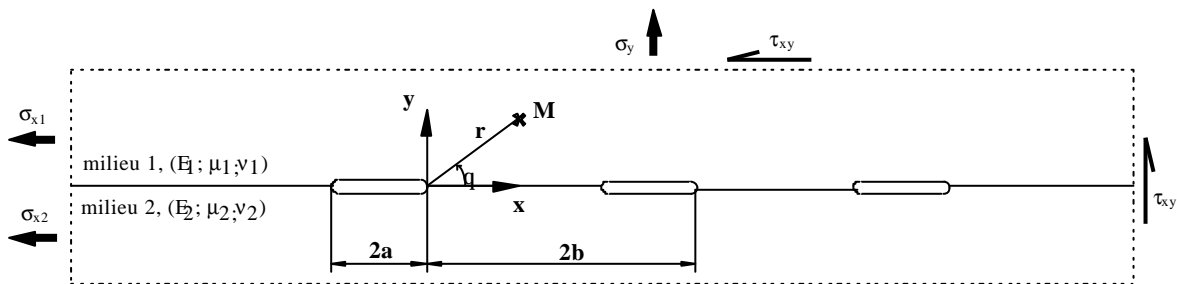
Puisque cette équation contient le terme  $(2a)^{-i\varepsilon}$ , la dimension du facteur d'intensité de contrainte n'est pas celle habituellement utilisée.

La troisième expression qu'il est possible de rencontrer confère la dimension habituelle au facteur d'intensité de contrainte:

$$\sigma_y + i\tau_{xy} = \frac{K_1^{**} + iK_2^{**}}{\sqrt{2\pi r \cosh(\varepsilon\pi)}} \left( \frac{r}{1} \right)^{i\varepsilon} \quad (\text{A4-9})$$

### **Alignement périodique de fissures interfaciales traversantes colinéaires entre deux milieux semi-infinis isotropes.**

Référence: Rice et Sih (1965)



Le facteur d'intensité de contrainte complexe et le taux de libération d'énergie sont donnés par:

$$K_1 + iK_2 = C(\sigma_y - i\tau_{xy})(A - iB)\exp(i\lambda) \quad (\text{A4-10})$$

$$\frac{G}{G_0} = \frac{1}{2} \left( 1 + \frac{1 + \eta_2}{\Gamma(1 + \eta_1)} \right) \frac{A^2 + B^2}{A^2} \left[ \frac{\cosh\left(\pi\varepsilon \frac{a}{b}\right)}{\cosh(\pi\varepsilon)} \right]^2 \quad (\text{A4-11})$$

$$\text{où} \quad A = \sin \frac{\pi a}{2b} \cosh\left(\pi\varepsilon \frac{a}{b}\right);$$

$$B = \cos \frac{\pi a}{2b} \sinh \left( \pi \varepsilon \frac{a}{b} \right);$$

$$C = \frac{2\sqrt{b}}{\cosh(\pi \varepsilon)} \frac{1}{\sqrt{\sin \left( \frac{\pi a}{b} \right)}};$$

$$G_0 = \frac{1}{K} \frac{1 + \eta_1}{4\mu_1} (\sigma^2 + \tau^2) \tan \frac{\pi a}{b};$$

$$\varepsilon = \frac{1}{2\pi} \ln \left[ \left( \frac{\eta_1}{\mu_1} + \frac{1}{\mu_2} \right) / \left( \frac{\eta_2}{\mu_2} + \frac{1}{\mu_1} \right) \right];$$

$$\lambda = \varepsilon \ln \left( \frac{2b}{\pi} \sin \frac{\pi a}{b} \right);$$

$$\Gamma = \frac{\mu_2}{\mu_1};$$

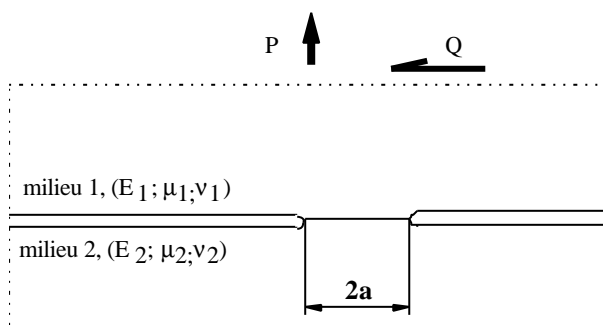
$\mu_j$  est le module de cisaillement;

$$\eta_i = \begin{cases} 3 - 4\nu_i & \text{déformations planes} \\ (3 - \nu_i)/(1 + \nu_i) & \text{contraintes planes} \end{cases}$$

$\nu_j$  est le coefficient de Poisson;

### **Deux fissures interfaciales semi-infinies soumises à des forces de tension et de cisaillement.**

Référence: Erdogan (1963)



Le facteur d'intensité de contrainte complexe est donnée par:

$$K = K_2 + iK_2 = \frac{1}{\pi\sqrt{a}} (P - iQ) \exp(iA) \quad (\text{A4-12})$$

Et le taux de libération d'énergie par:

$$G = \frac{1}{16\pi a} \left[ \frac{\eta_1 + 1}{\mu_1} + \frac{\eta_2 + 1}{\mu_2} \right] (P^2 + Q^2) \quad (\text{A4-13})$$

où  $A = \varepsilon \ln 2a;$

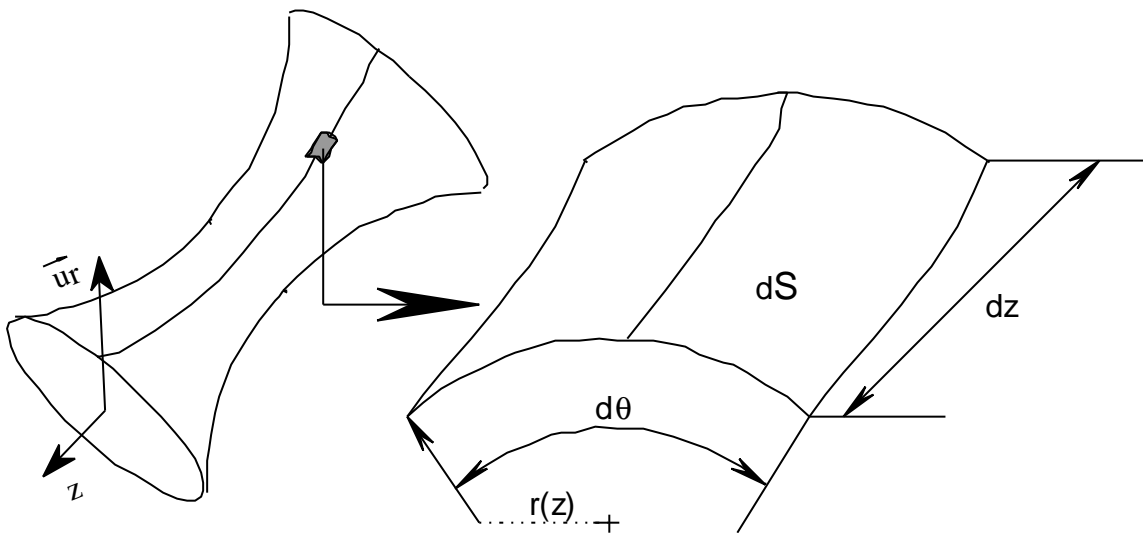
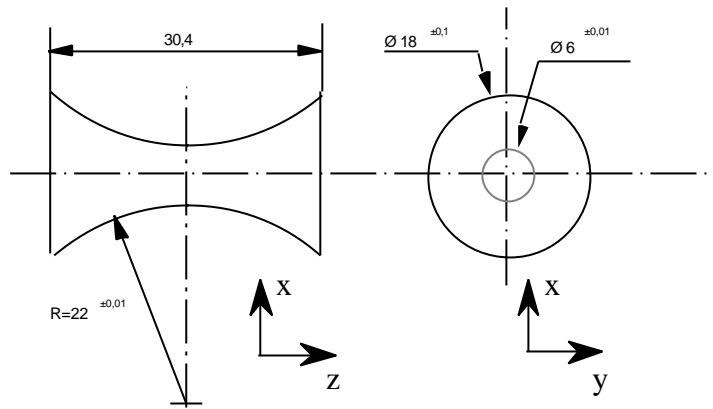
$$\varepsilon = \frac{1}{2\pi} \ln \left[ \left( \frac{\eta_1}{\mu_1} + \frac{1}{\mu_2} \right) / \left( \frac{\eta_2}{\mu_2} + \frac{1}{\mu_1} \right) \right].$$

## Annexe 5

Calcul de l'aire d'un élément de surface de  
l'éprouvette AG2C







$$dS = d\theta \iint f(r, z) dr dz \quad \text{A5-1}$$

où  $f$  est l'équation de la surface de l'éprouvette.

Equation paramétrique de la surface  $S$  en coordonnées cylindriques:

$$M \in S \Leftrightarrow \begin{cases} r = 25 - \sqrt{484 - z^2} \\ z \in [-15, 2; 15, 2] \\ \theta \in [0, 2\pi] \end{cases} \quad \text{A6-2}$$

L'aire  $A$  d'une partie d'un corps de révolution selon l'axe  $z$ , comprise entre les cotes  $z_1$  et  $z_2$ , est donnée par:

$$A = 2\pi s z_s \quad \text{A6-3}$$

où  $ds = dr$

$$s = \int_{z_1}^{z_2} \sqrt{1 + \left(\frac{dr}{dz}\right)^2} dz$$

$$z_s = \frac{1}{s} \int_{z_1}^{z_2} r \sqrt{1 + \left(\frac{dr}{dz}\right)^2} dz$$

Dans le cas de l'éprouvette AG2C:

$$s = \int_z^{z+dz} \sqrt{1 + \left(\frac{dr}{dz}\right)^2} dz = \int_z^{z+dz} \sqrt{1 + \frac{z^2}{484 - z^2}} dz = 22 \int_z^{z+dz} \frac{1}{\sqrt{484 - z^2}} dz$$

$$s = 22 \cdot d\left(\arcsin \frac{z}{22}\right) \quad \text{A6-4}$$

$$z_s = \int_z^{z+dz} \left(25 - \sqrt{484 - z^2}\right) \sqrt{1 + \frac{z^2}{484 - z^2}} dz = \int_z^{z+dz} \left(25 \sqrt{1 + \frac{z^2}{484 - z^2}} - 22\right) dz$$

$$z_s = 25 s - 22 dz \quad \text{A6-5}$$

D'où dS,

$$dS = \frac{d\theta}{2\pi} A \quad \text{A6-6}$$

$$dS = 550 \left[ d\left(\arcsin \frac{z}{22}\right) - 22 dz \right] d\theta \quad \text{A6-7}$$

## Annexe 6

### Essais de fatigue thermique

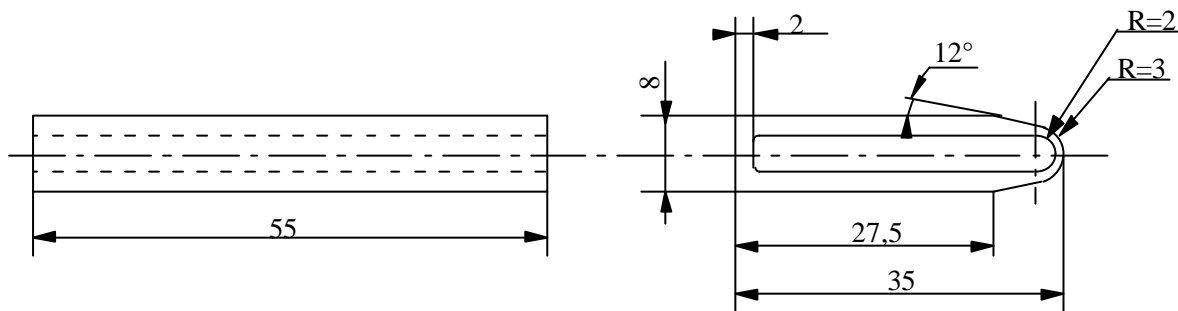


## 1 Principe de l'essai

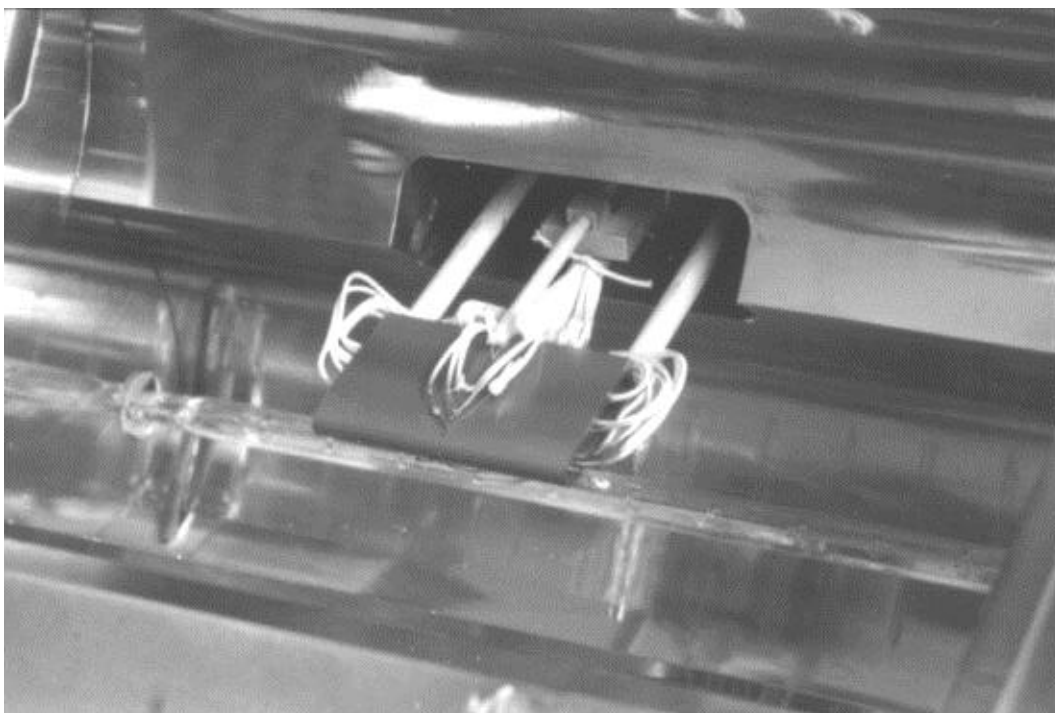
Le Centre des Matériaux est équipé d'un banc développé spécialement pour l'étude de l'influence des chocs thermiques sur des structures.

L'installation de fatigue thermique consiste en un four à radiation à 6 lobes elliptiques complété par un système de refroidissement par air comprimé.

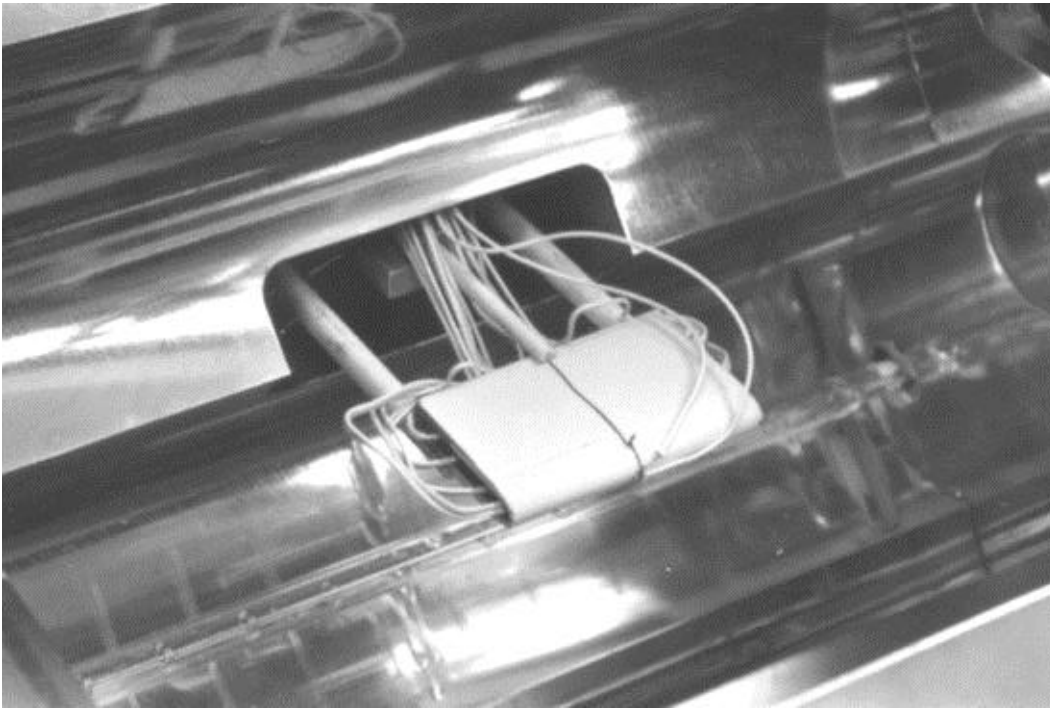
L'éprouvette choisie est représentée en figure 1. Elle repose horizontalement sur deux tiges d'alumine et est maintenue en position par une troisième (figures 2 et 3). Le montage de l'éprouvette est réalisé de telle manière que le bord mince de celle-ci se trouve au foyer du four. Ainsi, le bord mince de l'éprouvette est chauffé uniformément sur toute sa longueur. Le refroidissement est assuré par un écoulement d'air comprimé sur le bord mince de l'éprouvette. Afin d'optimiser les performances du four à la fois au chauffage et au refroidissement, la buse assurant le guidage de l'air est amovible. Lors du chauffage, elle se trouve en position arrière, sa forme favorise la réflexion des radiations et contribue au chauffage de l'éprouvette. Au refroidissement, la buse est avancée par un dispositif pneumatique jusqu'à une distance de 3mm du bord mince.



**Figure 1:** Dessin de définition des éprouvettes de fatigue thermique pour les essais sur la barrière thermique



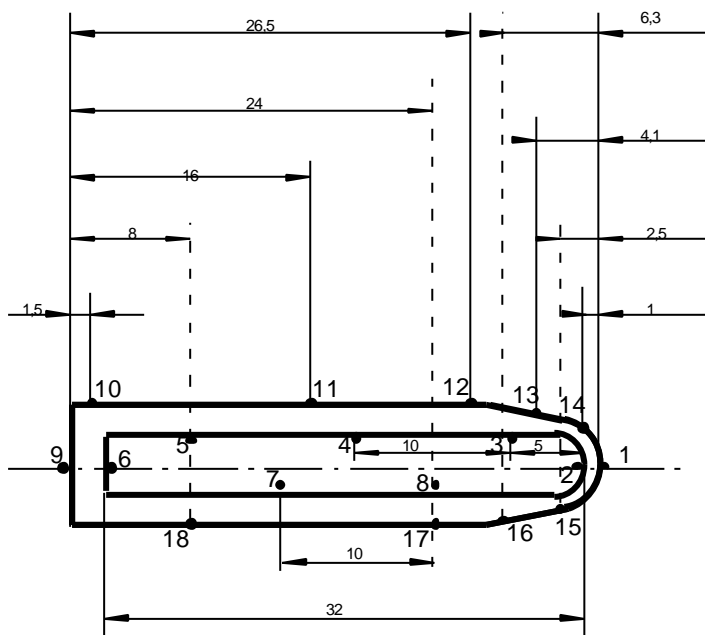
**Figure 2:** Epreuve en AM1 instrumentée en place dans le banc de fatigue thermique.



**Figure 3:** Eprouvette revêtue par la barrière thermique instrumentée en place dans le banc de fatigue thermique.

## 2 Instrumentation et asservissement

Des thermocouples Chromel-Alumel sont soudés sur toute la surface et dans la partie creuse de l'éprouvette en AM1 nu (figure 4). Le thermocouple sur lequel on asservit le cycle thermique est situé au bord d'attaque. Il est soudé si l'éprouvette est nue et ligaturé par un fil de nickel sur la barrière thermique.



**Figure 4:** Plan d'instrumentation de l'éprouvette nue. Les thermocouples sont soudés sur l'axe de symétrie médian de l'éprouvette. L'instrumentation de l'éprouvette revêtue se limite aux thermocouples internes et à un thermocouple externe situé au bord d'attaque.

La consigne thermique imposée au bord est un créneau qui fluctue entre 25°C et 1100°C. Le temps de maintien de la température basse est de 18s tandis que deux temps de maintien ont été appliqués pour la consigne haute: 60s et 300s. Dans tous les cas, le temps de chauffage doit être supérieur au temps de refroidissement pour que la mesure atteigne la consigne. Cette caractéristique inhérente à notre banc de fatigue thermique est due au fait que le dispositif de refroidissement est bien plus puissant que le dispositif de chauffage.

La régulation sur le thermocouple de pointe est assurée par un correcteur de type PID qui ajuste la puissance délivrée par les lampes du four en fonction de l'écart entre la consigne et la mesure.

### 3. Réponse des éprouvettes de fatigue thermique

La réponse en température à une sollicitation de fatigue thermique est enregistrée après avoir effectué au moins 15 cycles pour obtenir un cycle thermique stabilisé.

Les figures 5 et 6 montrent la mesure des thermocouples sur l'éprouvette nue et sur l'éprouvette revêtue pour le cycle court (maintien de la consigne à 1100°C de 60s).

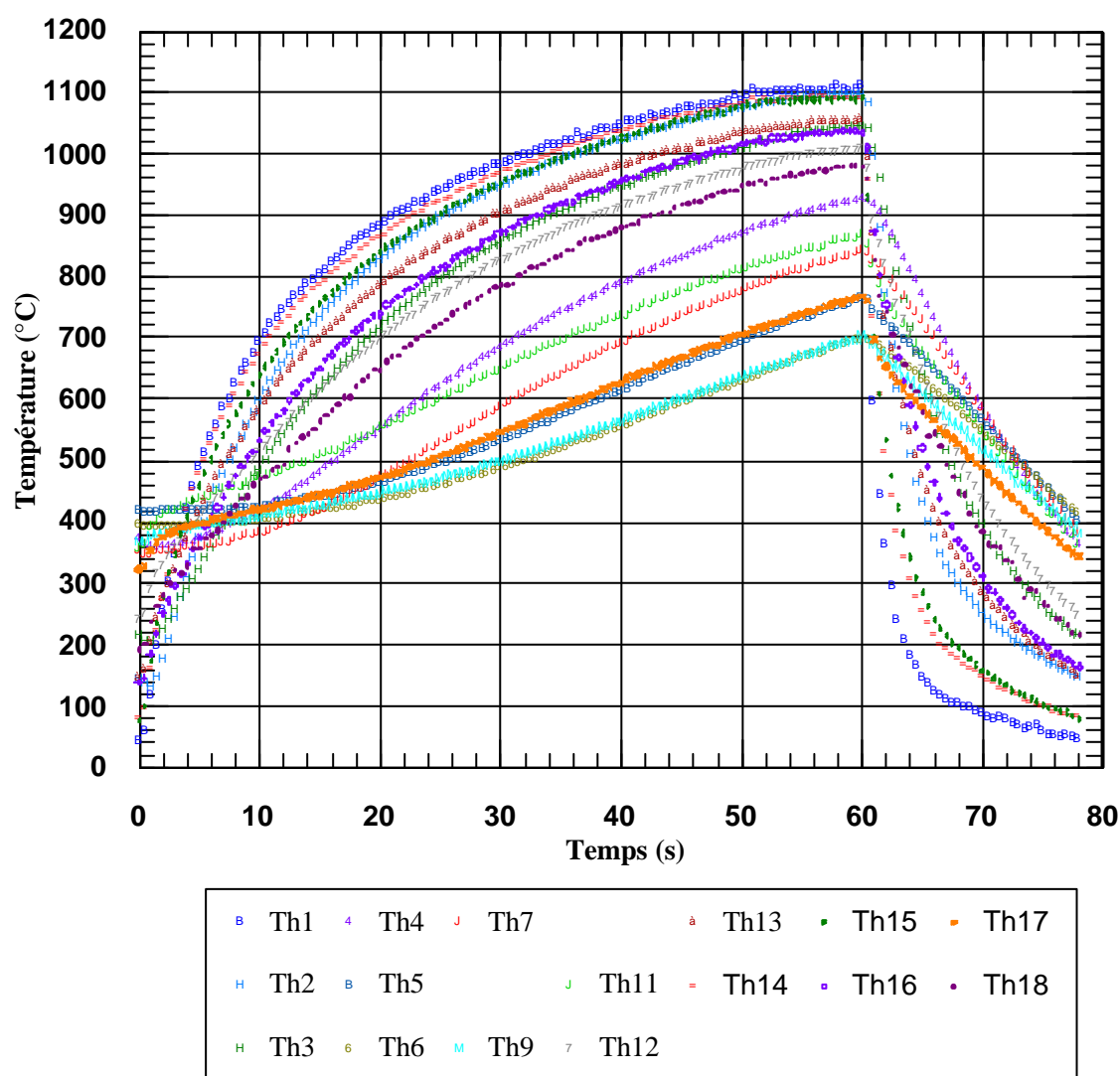


Figure 5: Mesure des thermocouples lors d'un cycle thermique sur l'éprouvette nue.

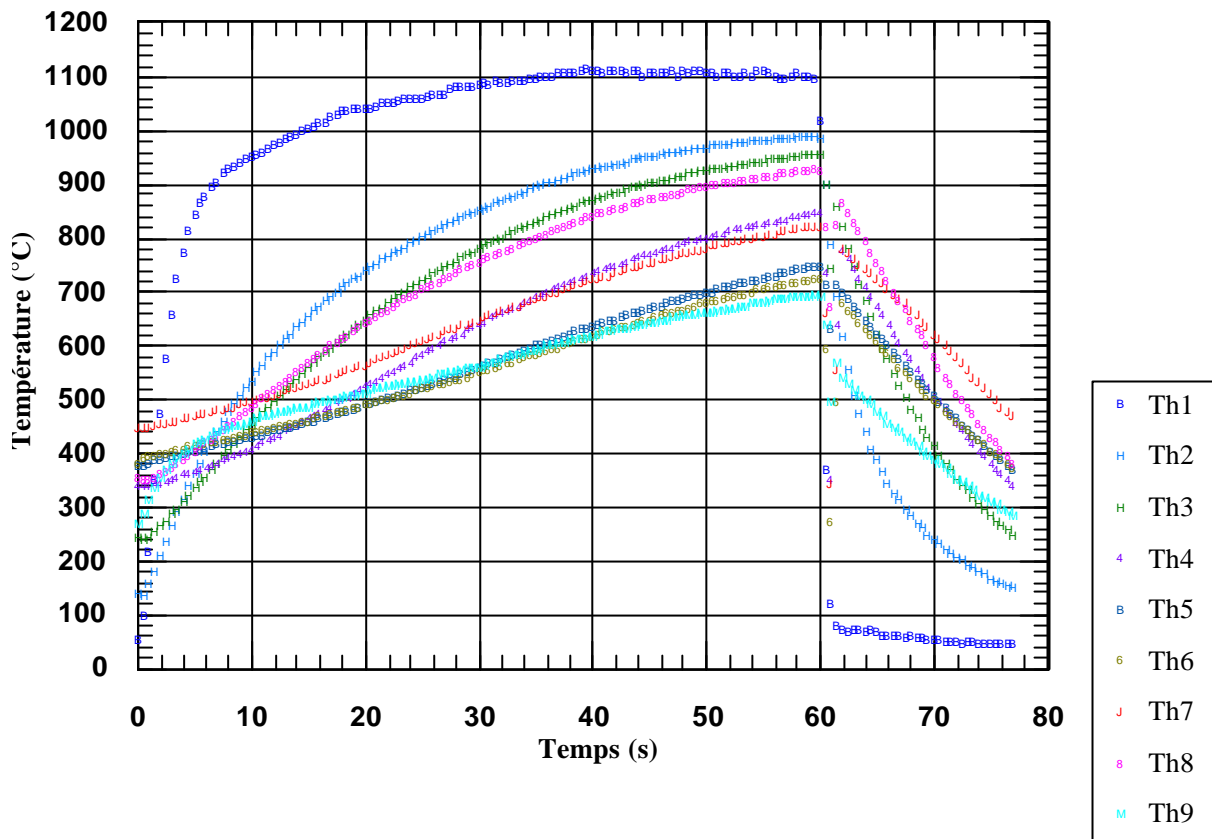


Figure 6: Mesure des thermocouples lors d'un cycle thermique sur l'éprouvette revêtue par la barrière thermique.

#### 4. Endommagement des éprouvettes

Au bout de quelques cycles, le bord d'attaque est endommagée par l'érosion causée par le souffle de l'air comprimé (4bars au travers d'une fente fine) (figure 7).

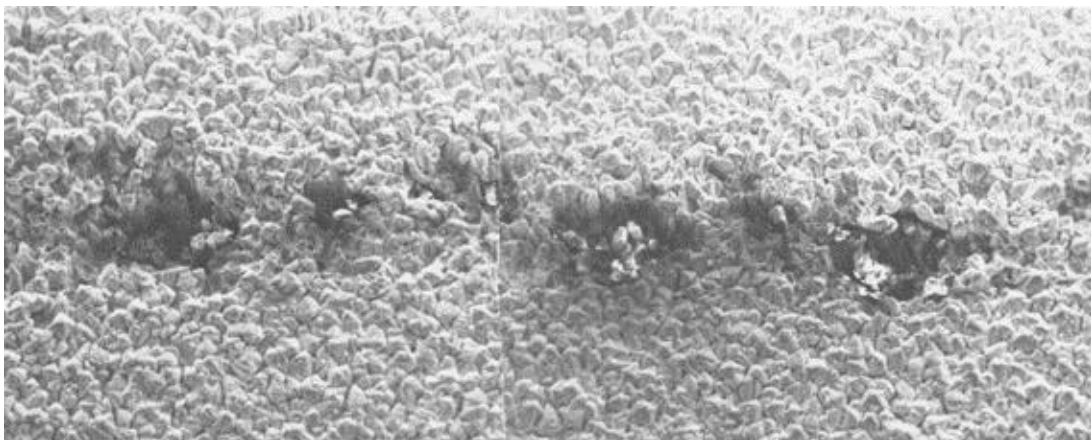
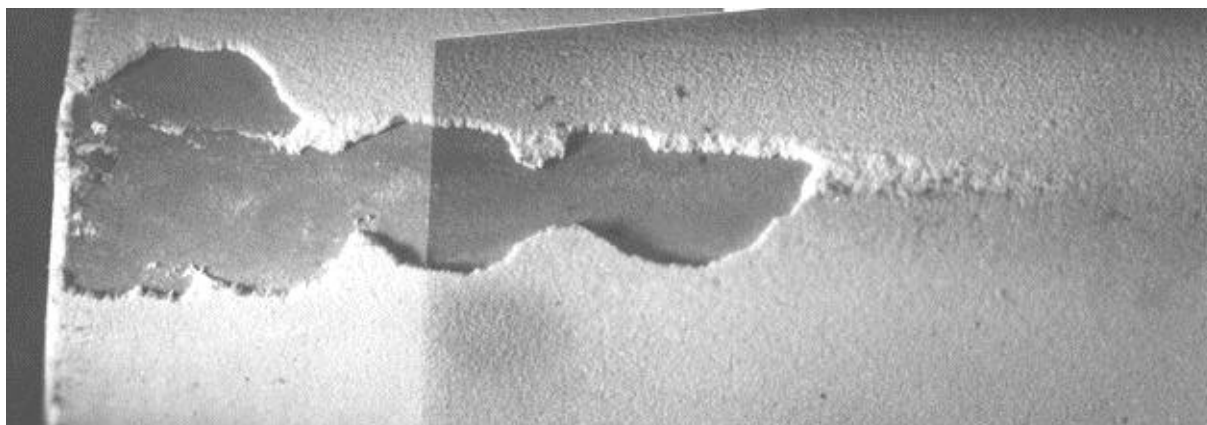


Figure 7: Endommagement par érosion du bord d'attaque.

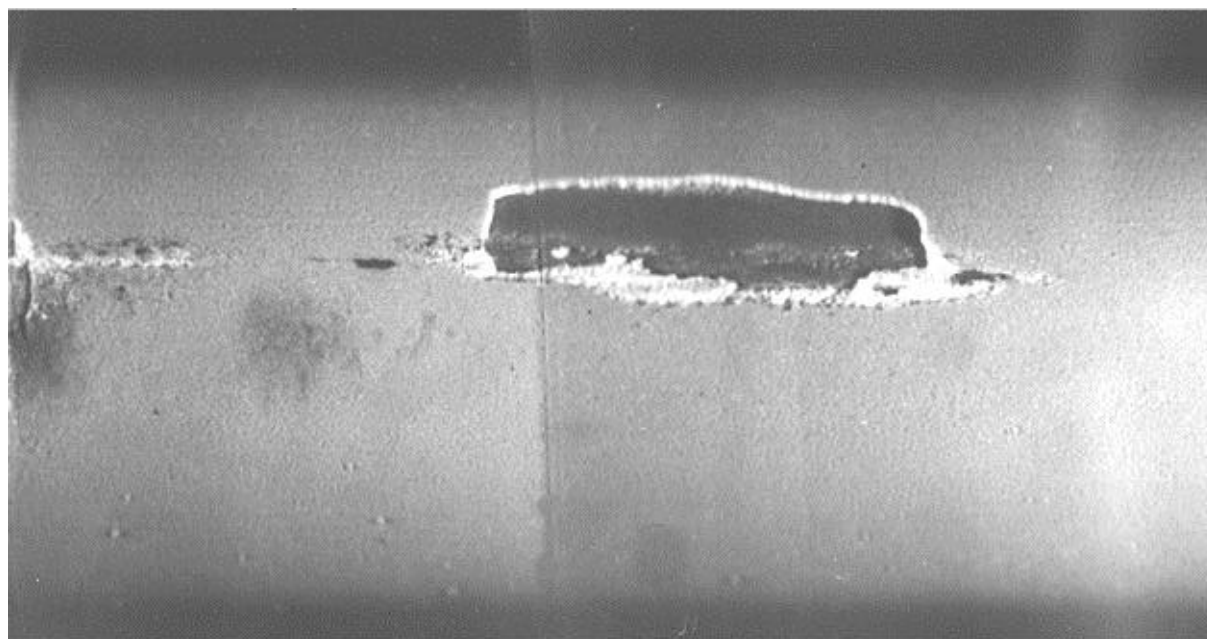


La figure 8 présente l'endommagement d'une éprouvette sollicitée selon le cycle court au bout de 1240 cycles. Cet endommagement est apparu brusquement entre le 1000<sup>ème</sup> cycle et le 1240<sup>ème</sup> cycle. L'essai a été poursuivi au-delà de 3000 cycles mais la surface écaillée n'a plus du tout évolué.



**Figure 8:** Bord d'attaque de l'éprouvette de fatigue thermique sollicitée selon le cycle court à l'issue de 1240 cycles.

La figure 9 présente l'endommagement d'une éprouvette sollicitée selon le cycle long au bout de 8 cycles. La surface écaillée a doublé jusqu'au 24<sup>ème</sup> cycle puis n'a plus évolué du tout.



**Figure 9:** Bord d'attaque de l'éprouvette de fatigue thermique sollicitée selon le cycle long à l'issue de 8 cycles.

## 7. Conclusions

Tous les essais réalisés ont mené à des endommagements qui apparaissent de manière très aléatoire et qui n'évoluent plus du tout ensuite. Cela prouve la nature très dispersée des défauts de la barrière thermique qui mènent à l'écaillage. Le bord de l'éprouvette est souvent endommagé ce qui montre que les effets de bords sont prédominants.

D'autre part, certaines éprouvettes se sont écaillées sous le thermocouple de pilotage si sa ligature était desserrée. Les chocs répétés du thermocouple sur la céramique ont provoqué cette dégradation. La barrière thermique est donc très sensible à l'érosion et au bombardement.

Aucun résultat n'a donc pu être exploité quantitativement. Toutefois, des améliorations sont envisageables:

- le temps de maintien à 1100°C devrait être plus long pour oxyder davantage;
- le rayon de l'éprouvette au bord d'attaque devrait être plus petit pour augmenter les contraintes;
- la largeur de l'éprouvette doit être plus grande que la largeur de la buse de refroidissement pour limiter les effets de bord.

## Annexe 7

### Ecrouissage cyclique isotherme



## 1. Méthode expérimentale

Deux essais d'écrouissage cyclique à 1100°C ont été conduits selon les cycles utilisés en fatigue oligocyclique isotherme: cycle triangle et cycle 'maint.tens'. L'amplitude de déformation mécanique évolue à partir de 0,5%.

Au début de l'essai d'écrouissage cyclique, nous avons constaté que deux ou trois cycles seulement étaient nécessaires pour stabiliser le comportement de l'éprouvette. Nous avons donc choisi d'effectuer des séquences de cinq cycles à même amplitude de déformation et d'enregistrer le comportement de l'éprouvette au cinquième cycle.

Les séquences d'essai, conduites sur une machine hydraulique à vérin commandée par une carte contrôleur, peuvent être réalisées successivement sans arrêter la sollicitation. Il suffit pour cela de préparer la nouvelle consigne et de la valider au passage à déformation mécanique nulle à la fin du cinquième cycle. De cette façon, on évite de multiples retours à charge nulle qui nécessitent de rattraper la déformation inélastique résiduelle avant de relancer une séquence, ce qui induit inévitablement quelques erreurs.

L'arrêt des séquences à déformation mécanique croissante a été provoquée par un saut du capteur extensométrique pour les deux essais.

Les éprouvettes utilisées ont été définies en figure IV.2. Nous utilisons ici, en sollicitation isotherme, les éprouvettes conçues pour les essais anisothermes uniquement dans le but de réduire la proportion de substrat par rapport à la zircone dans une section utile.

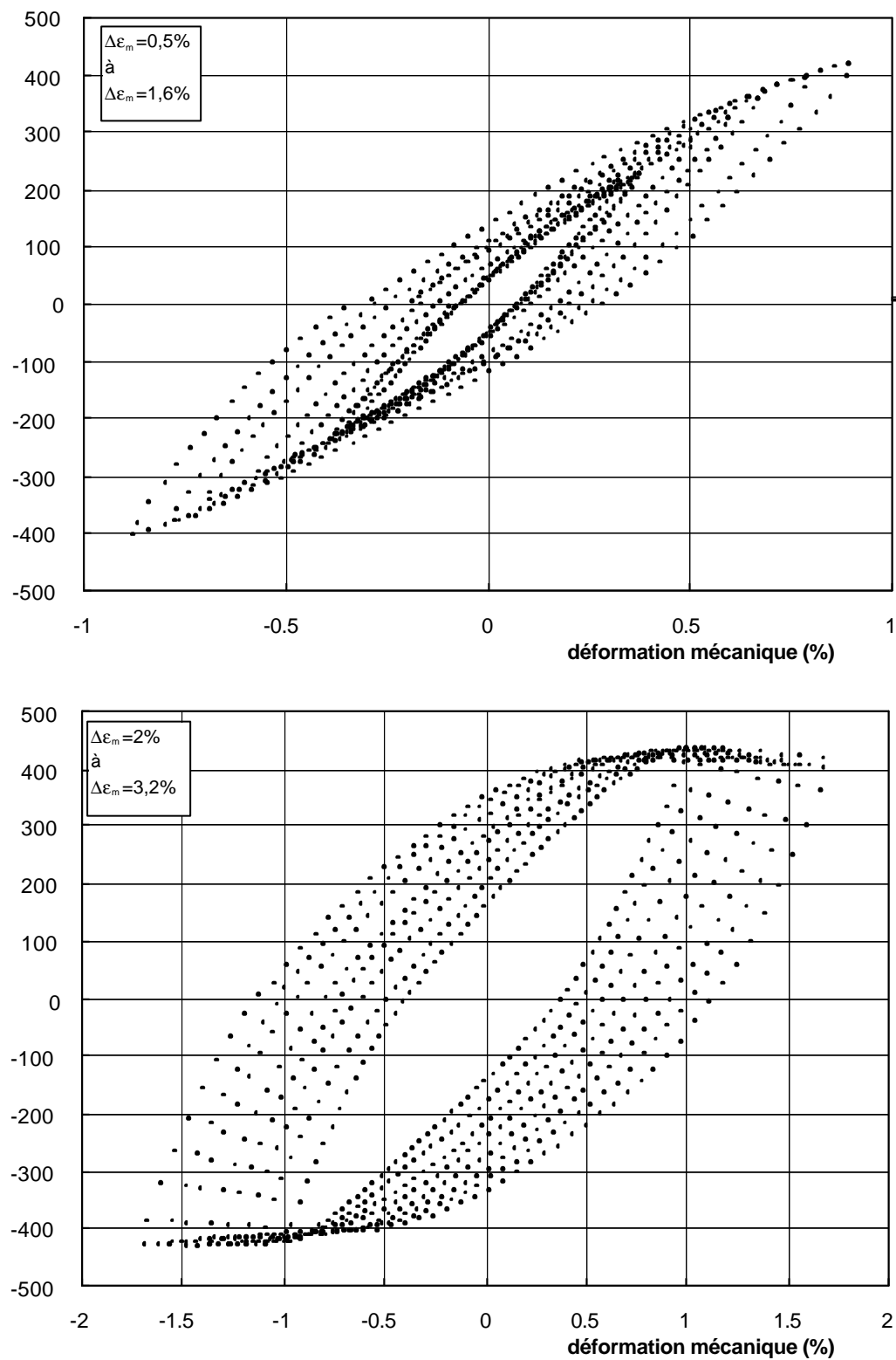
En supposant approximativement que la zircone a une épaisseur de 150µm, la surface de zircone par rapport à la surface totale d'une section d'éprouvette est de 9,3% pour les éprouvettes de fatigue isotherme et de 14,3% pour les éprouvettes de fatigue anisotherme.

Ces essais ont été conduits dans le but de mettre en évidence un éventuel effet de la couche de zircone sur le comportement du matériau.

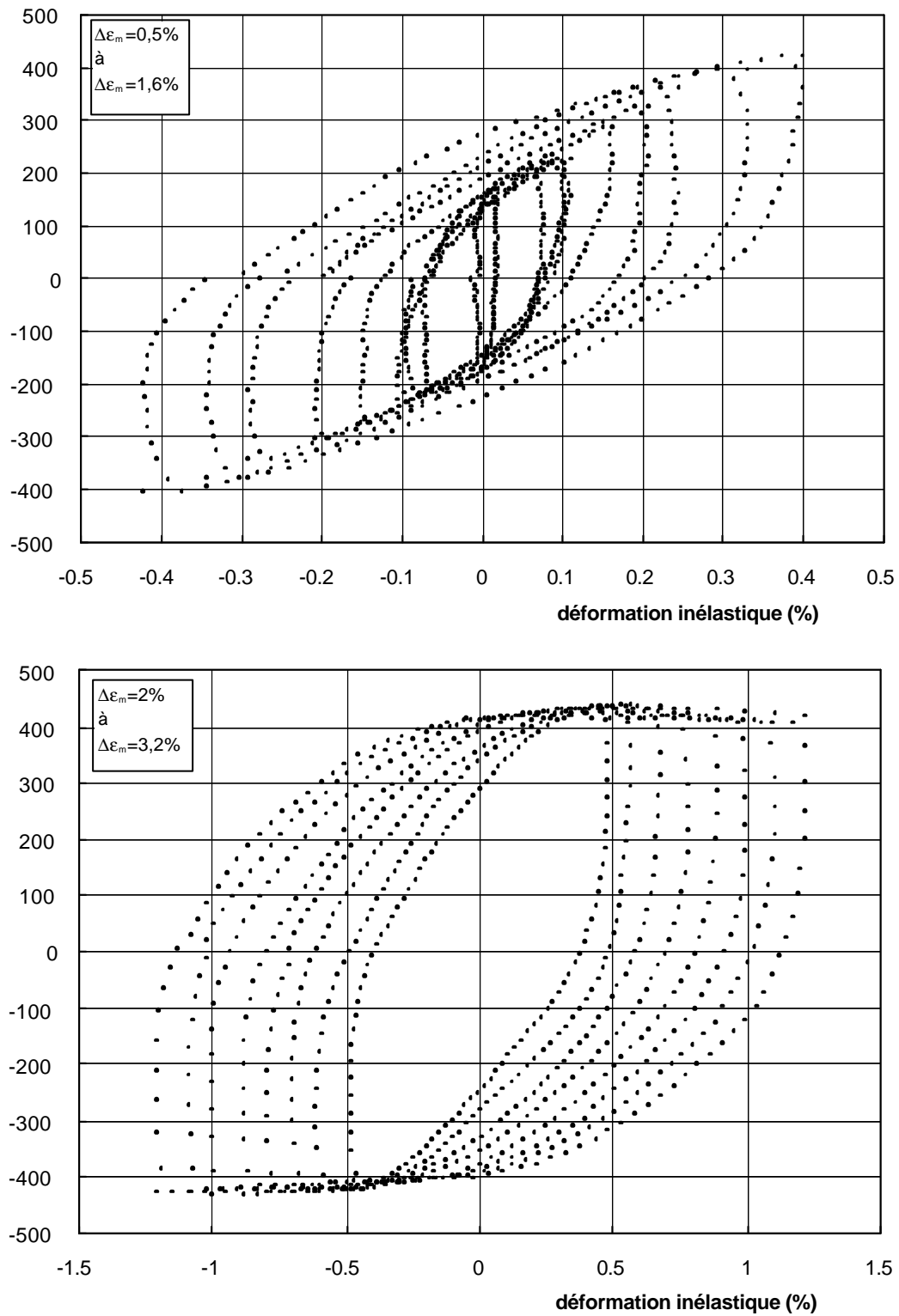
## 2. Résultats des essais

Les figures A7-1 et A7-2 présentent respectivement les boucles contrainte-déformation mécanique et contrainte-déformation inélastique enregistrées au cinquième cycle de chaque séquence d'écrouissage cyclique en cycle triangle. De même, les figures A7-3 et A7-4 présentent les boucles obtenues en cycle 'maint.tens'.

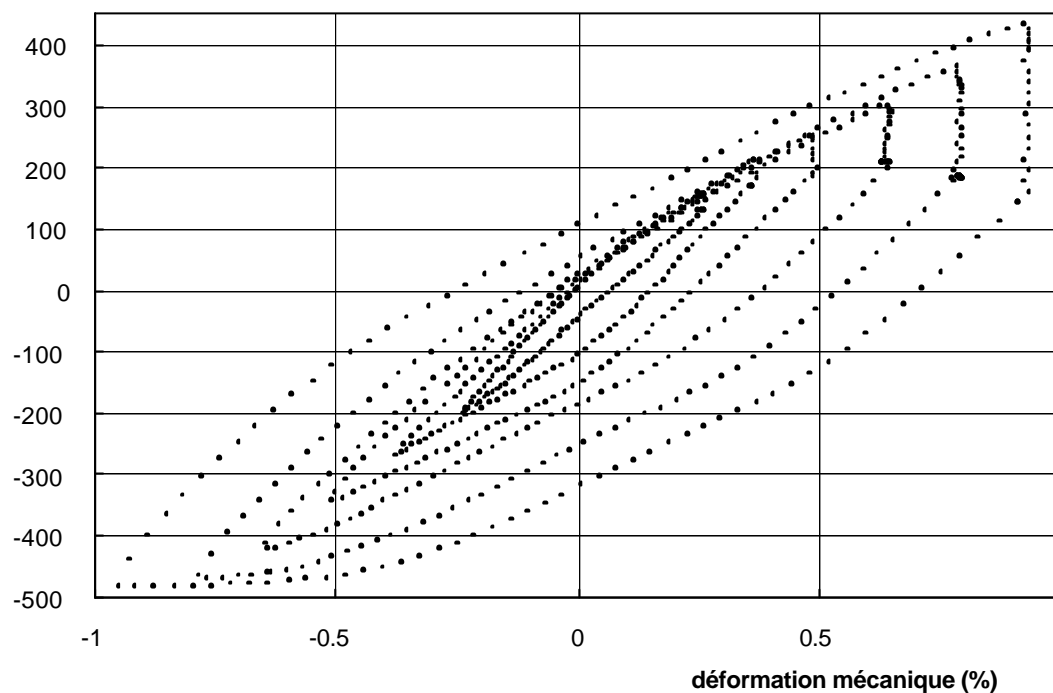
En traction et à forte amplitude de déformation, nous observons un adoucissement du matériau après un passage à la contrainte maximale du cycle. La contrainte atteinte à déformation mécanique maximale n'est donc pas la contrainte maximale de l'essai. En revanche, en compression, le comportement est linéaire jusqu'à ce que  $\Delta\epsilon_m=2\%$ . Au-delà, la phase de compression se caractérise par deux stades: un stade faiblement non linéaire suivi d'un stade parfaitement linéaire où le comportement apparent de l'éprouvette est un durcissement.



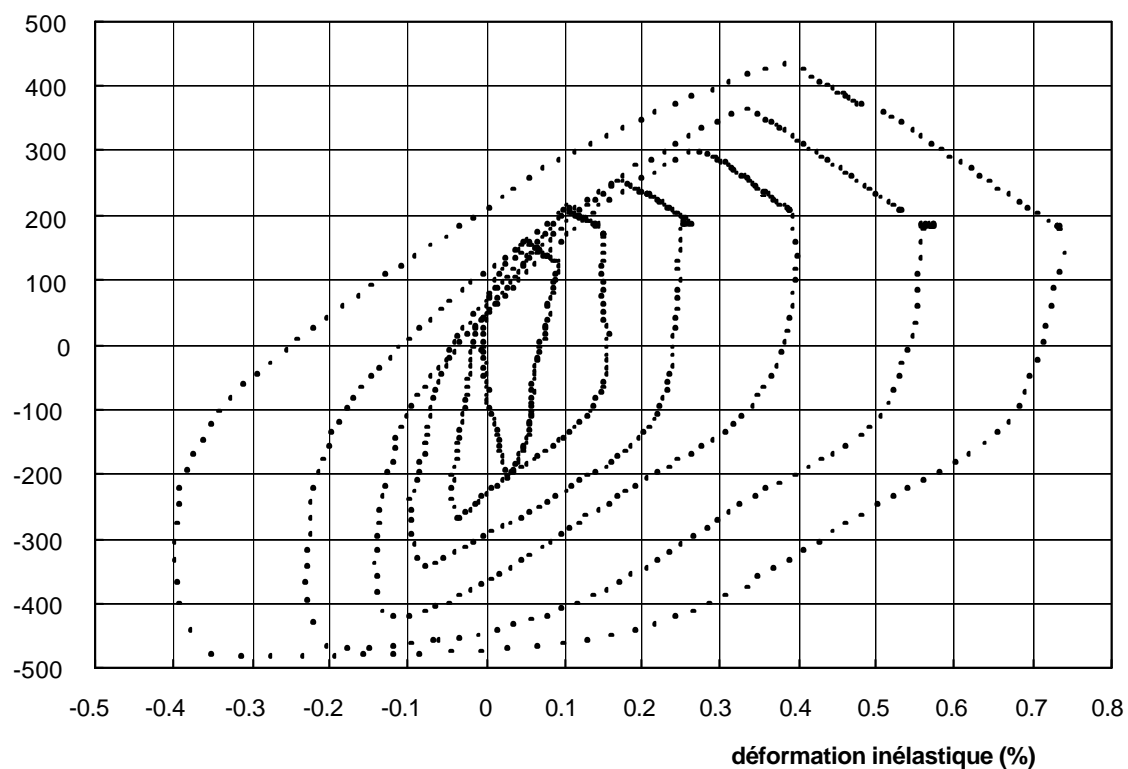
**Figure A7-1:** Boucles contrainte-déformation mécanique enregistrées au cinquième cycle d'une séquence d'écrouissage cyclique en cycle triangle.



**Figure A7-2:** Boucles contrainte-déformation inélastique enregistrées au cinquième cycle d'une séquence d'écrouissage cyclique en cycle triangle.



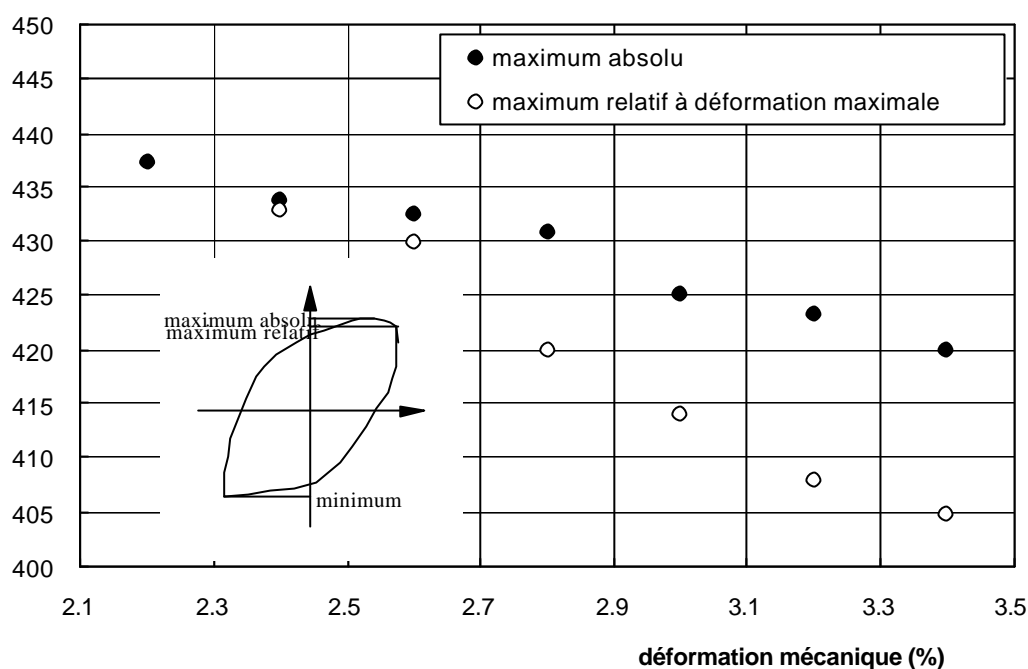
**Figure A7-3:** Boucles contrainte-déformation mécanique enregistrées au cinquième cycle d'une séquence d'écroutissage cyclique en cycle maint.tens.



**Figure A7-4:** Boucles contrainte-déformation inélastique enregistrées au cinquième cycle d'une séquence d'écroutissage cyclique en cycle maint.tens.

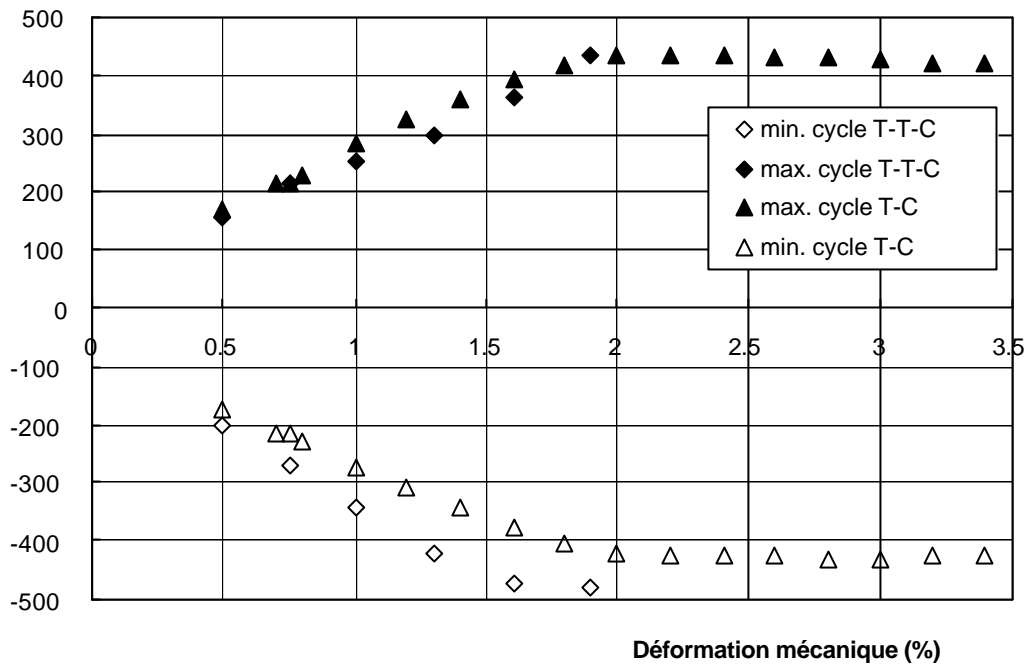


La figure A7-5 met en évidence la différence entre la contrainte maximale de l'essai en cycle triangle et la contrainte atteinte à déformation mécanique maximale. Cette différence apparaît entre 2,2% et 2,4% d'amplitude de déformation mécanique. Le comportement de l'éprouvette s'adoucit à la contrainte maximale et à la contrainte maximale relative.

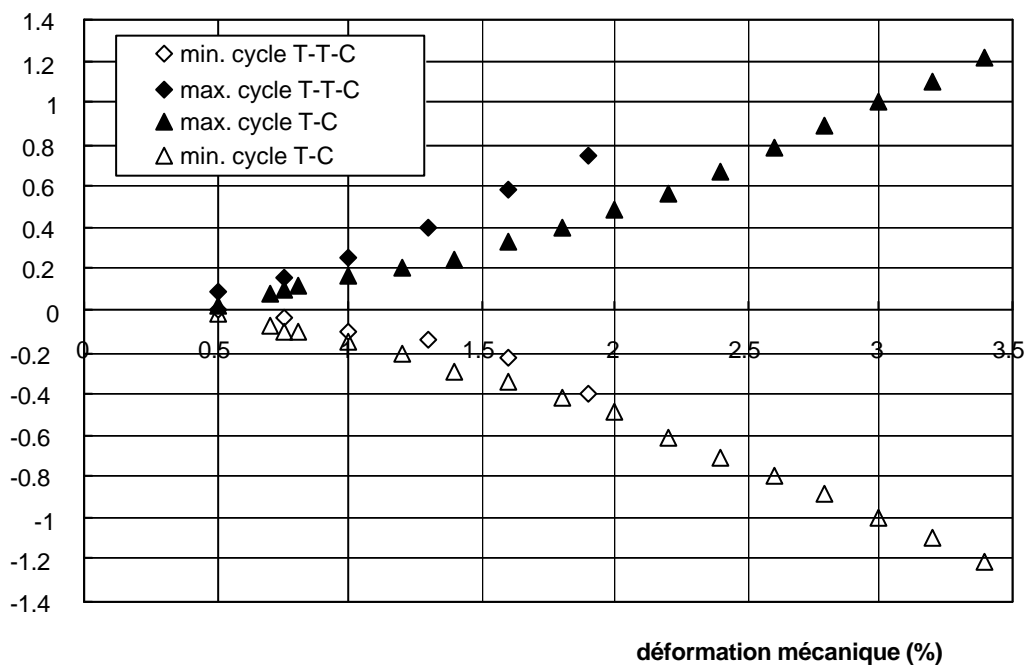


**Figure A7-5:** Evolution de la contrainte maximale et de la contrainte atteinte à déformation mécanique maximale en fonction de l'amplitude de déformation mécanique au cours de l'essai en cycle triangle.

Les évolutions des contraintes maximales et minimales, ainsi que des déformations inélastiques minimales et maximales sont représentées en fonction de l'amplitude de déformation mécanique respectivement en figures A7-6 et A7-7. La contrainte maximale de l'essai, ainsi que la déformation inélastique minimale sont confondues pour les deux formes de cycles. En revanche, la contrainte minimale est accrue en cycle 'maint.tens.' du fait de la relaxation en traction, ce qui se traduit également par une augmentation de la déformation inélastique maximale.

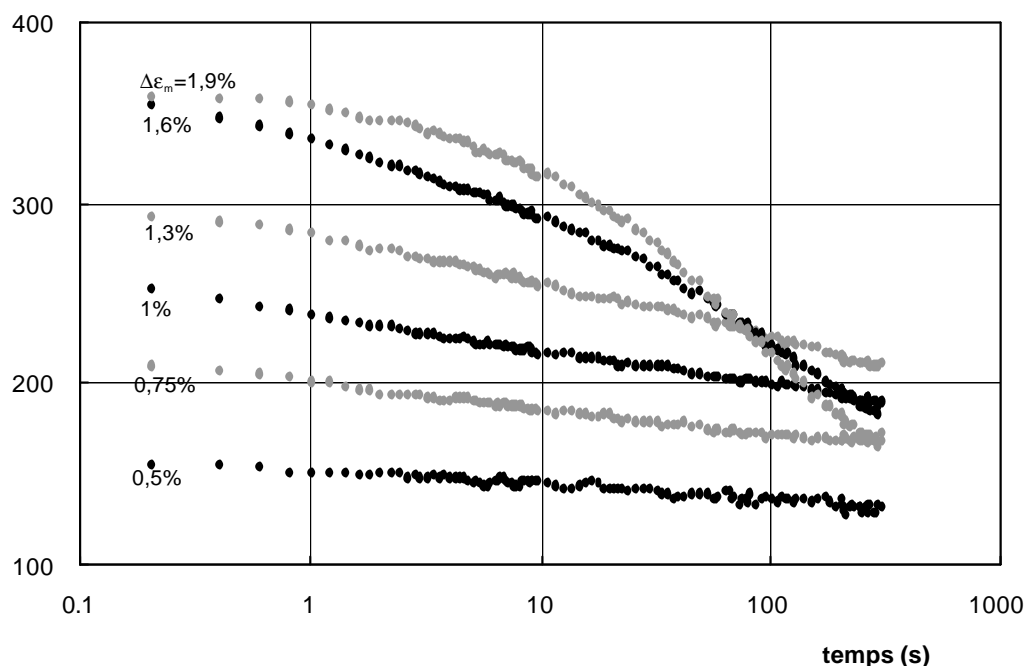


**Figure A7-6:** Evolution des contraintes maximales et minimales en fonction de l'amplitude de déformation mécanique au cours des essais en cycle triangle et cycle maint.tens.



**Figure A7-7:** Evolution des déformations inélastiques maximales et minimales en fonction de l'amplitude de déformation mécanique au cours des essais en cycle triangle (T-C) et cycle maint.tens. (T-T-C).

La phase de relaxation en cycle 'maint.tens.' est étudiée en figure A7-8. Les contraintes diminuent rapidement pendant les dix premières secondes. La vitesse de relaxation pendant cette période est presque indépendante de l'amplitude de déformation mécanique. Dans la suite, la vitesse de relaxation diminue fortement à faible déformation mécanique tandis qu'elle reste importante à forte déformation mécanique.



**Figure A7-8:** Evolution de la contrainte en fonction du temps pour différentes amplitudes de déformation mécanique, pendant la phase de relaxation en cycle maint.tens.

### 3. Conclusion

Ces essais montrent que le comportement macroscopique n'est pas affecté par la présence de céramique puisque les résultats sont très proches de ceux obtenus sur l'AM1 nu par Hanriot (1993).

En traction, le résultat n'est pas étonnant puisque la microstructure colonnaire de la zircone est favorable à sa déformation. Mais en compression, un effet marquant aurait pu être attendu. Un léger effet apparaît pour de très grandes amplitudes de déformation où la valeur absolue de la contrainte atteinte à déformation maximale est inférieure à celle atteinte à déformation minimale. Il faut donc atteindre de très fortes déformations pour que la zircone soit réellement sollicitée. Pour des déformations plus faibles, des mécanismes d'accommodation tels que la friction des colonnes de zircone ou la diminution de l'espace intercolonnaire peuvent diminuer la complaisance de cette couche.

Ces résultats remettent en cause les propriétés utilisées pour caractériser la zircone, qui sont établies pour des céramiques massives, et montrent une fois encore la nécessité de connaître les propriétés des matériaux dans le système non découplé.



## Annexe 8

Calcul des contraintes dans le système



substrat	NiAl	alumine	zircone
barre 1	barre 2		barre 4

## 1- Loi de viscoplasticité de la zircone généralisée pour un système en compression équi biaxiée.

La loi d'Odqvist tridimensionnelle est la généralisation de la loi de Norton qui exprime le fluage sans écrouissage.

$$\dot{\epsilon}_{p,ij} = \frac{3}{2} \left( \frac{\sigma_{\text{eq}}}{K} \right)^n \frac{\sigma'_{ij}}{\sigma_{\text{eq}}} \quad \text{A8-1}$$

où  $\underline{\dot{\epsilon}}_p$  est le tenseur des vitesses de déformation plastique;

$\sigma_{\text{eq}}$  est la contrainte équivalente de Von Mises;

$\sigma'$  est le déviateur des contraintes.

Dans le cas d'un système orthotrope en compression équi biaxiée on a:

$$\begin{cases} \sigma_{rr} = 0 \\ \sigma_{\theta\theta} = -\sigma \\ \sigma_{zz} = -\sigma \end{cases} \quad \text{A8-2}$$

La composante hydrostatique du tenseur des contraintes est donc:

$$p = \frac{\sigma_{\theta\theta} + \sigma_{zz}}{3} = -\frac{2\sigma}{3} \quad \text{A8-3}$$

Il en résulte l'expression du déviateur des contraintes  $\underline{\sigma}' = \underline{\sigma} - \frac{1}{3} \text{tr}(\underline{\sigma}) \underline{\underline{I}}$ :

$$\begin{cases} \sigma_{rr} = \frac{2}{3}\sigma \\ \sigma_{\theta\theta} = -\frac{\sigma}{3} \\ \sigma_{zz} = -\frac{\sigma}{3} \end{cases} \quad \text{A8-2}$$

La contrainte équivalente de Von Mises est définie par  $\sigma_{\text{eq}} = \sqrt{\frac{3}{2} \sigma' : \sigma'}$  A8-3

Donc pour le système en compression équi biaxiée  $\sigma_{\text{eq}} = \sigma$ .

Ainsi les vitesses de déformation plastique sont données par:

$$\begin{cases} \dot{\epsilon}_{p,rr} = \left(\frac{\sigma}{K}\right)^n \\ \dot{\epsilon}_{p,\theta\theta} = \dot{\epsilon}_{p,zz} = -\frac{1}{2}\left(\frac{\sigma}{K}\right)^n \end{cases} \quad \text{A8-4}$$

## 2- Contraintes d'origines thermiques.

Les hypothèses du modèle figurent au paragraphe V.1.3

Calcul de l'accroissement de contrainte sans relaxation par la sous-couche:

$$\epsilon_{tot,1} = \epsilon_{tot,2} = \epsilon_{tot,3} = \epsilon_{tot,4} \quad \text{A8-1}$$

$$\dot{\epsilon}_{tot,1} = \dot{\epsilon}_{tot,2} = \dot{\epsilon}_{tot,3} = \dot{\epsilon}_{tot,4} \quad \text{A8-2}$$

$$\forall i \in [0,4], \epsilon_{tot,i} = \epsilon_{el,i} + \epsilon_{in,i} + \epsilon_{th,i} + \epsilon_{méca,i} \quad \text{A8-3}$$

$$\forall i \in [0,4], \epsilon_{méca,i} = 0 \quad \text{A8-4}$$

$$\forall i \in [0,4], \epsilon_{th,i} = \int_{T_{init}}^{T_{final}} \alpha_i(T) dT \quad \text{A8-5}$$

$$\epsilon_{tot,1} = \epsilon_{th,1} \quad \text{A8-6}$$

$$\dot{\epsilon}_{tot,2} = \dot{\epsilon}_{th,2} + (1 - \nu_2) \left( \frac{\dot{\sigma}_2}{E_2} \right) + \frac{1}{2} \frac{|\sigma_2|^{n+1}}{\sigma_2 K^2} \quad \text{A8-7}$$

$$\forall i \in [3,4], \epsilon_{tot,i} = \epsilon_{th,i} + (1 - \nu_i) \left( \frac{\sigma_i}{E_i} \right) \quad \text{A8-8}$$

$$d\sigma_2 = \frac{E_2}{1 - \nu_2} \left[ (\alpha_1 - \alpha_2) dT - \frac{1}{2} \frac{|\sigma_2|^n}{\sigma_2 K^n} dt \right] \quad \text{A8-9}$$

$$\forall i \in [3,4], d\sigma_i = \frac{E_i}{1 - \nu_i} (\alpha_1 - \alpha_i) dT \quad \text{A8-10}$$

Relaxation de la contrainte dans l'alumine et la zirconie par la sous-couche:

$$\forall i \in [3,4], \dot{\epsilon}_{tot,i} = \dot{\epsilon}_{tot,2} \quad \text{A8-11}$$



$$\forall i \in [3,4] (1 - \nu_i) \frac{\dot{\sigma}_i}{E_i} = \frac{1}{2} \frac{|\sigma_i - \sigma_2|^n}{(\sigma_i - \sigma_2) K^n} \quad \text{A8-12}$$

$$\forall i \in [3,4], d\sigma_i = \frac{E_i}{1 - \nu_i} \frac{1}{2} \frac{|\sigma_i - \sigma_2|^n}{(\sigma_i - \sigma_2) K^n} dt \quad \text{A8-13}$$

### 3- Contraintes d'origine thermique et mécanique couplées

Les expressions A8-9 et A8-10 deviennent:

$$d\sigma_2 = \frac{E_2}{1 - \nu_2} \left[ (\alpha_1 - \alpha_2) dT - \frac{1}{2} \frac{|\sigma_2|^n}{\sigma_2 K^n} dt + d\varepsilon_{\text{méca}} \right] \quad \text{A8-14}$$

$$\forall i \in [3,4], d\sigma_i = \frac{E_i}{1 - \nu_i} (\alpha_1 - \alpha_i) dT + d\varepsilon_{\text{méca}} \quad \text{A8-15}$$

La relaxation des contraintes dans les oxydes (couches 3 et 4), en raison de la viscoplasticité de la sous-couche s'effectue comme au paragraphe 2.

## Annexe 9

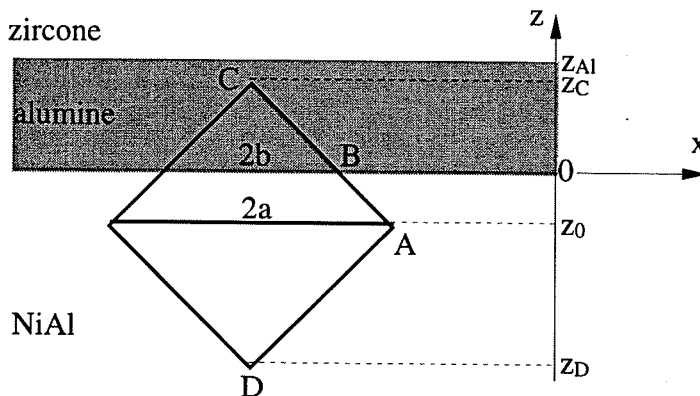
### Empreintes d'indentation



# 1- Calcul des aires des fractions d'empreintes dans chaque matériau

Le problème est représenté par la figure ci-dessous.

Les cotes  $z_{Al}$ ,  $z_C$ ,  $z_0$  et  $z_D$  ont été mesurées expérimentalement par rapport à l'interface alumine/sous-couche.



## Expression de $x_B$ :

1<sup>er</sup> cas:  $z_0=0$ ;  $x_B = a$

2<sup>ème</sup> cas:  $z_0>0$ ;  $x_B = a \frac{|z_D|}{z_0 + |z_D|}$

3<sup>ème</sup> cas:  $z_0<0$ ;  $x_B = a \frac{|z_E|}{z_0 + |z_E|}$

## Expression de $x_C$ :

1<sup>er</sup> cas:  $z_0=0$ ;  $x_C = \frac{a}{z_{Al} \left( \frac{1}{z_C - z_{Al}} + \frac{1}{z_{Al}} \right)}$

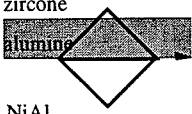
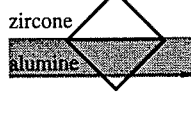
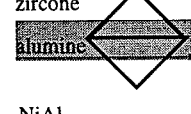
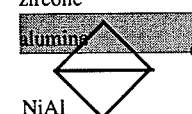
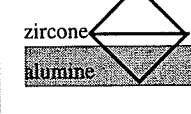
2<sup>ème</sup> cas:  $z_0 = z_{Al}$ ;  $x_C = a$

3<sup>ème</sup> cas:  $z_0 > z_{Al}$ ;  $x_C = (z_0 - z_{Al}) \left( \frac{a}{z_0 - z_{Al}} - \frac{a - x_B}{z_0} \right)$

4<sup>ème</sup> cas:  $z_{Al} > z_0 > 0$   $x_C = \frac{a}{(z_0 - z_{Al}) \left( \frac{1}{z_C - z_{Al}} + \frac{1}{z_{Al}} \right)}$

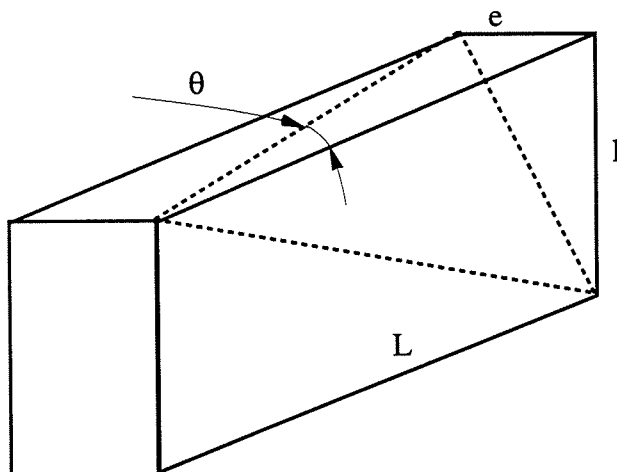
5<sup>ème</sup> cas:  $z_0 < 0$   $x_C = \frac{x_B}{z_{Al} \left( \frac{1}{z_C - z_{Al}} + \frac{1}{z_{Al}} \right)}$

### Portion surfacique d'empreinte contenue dans les matériaux:

 $z_0=0$	 $z_0 = z_{Al}$	 $z_{Al} > z_0 > 0$	 $z_0 < 0$	 $z_0 > z_{Al}$
Aire contenue dans la zircone				
$x_C(z_E - z_C)$	$x_C(z_E - z_C)$	$x_C(z_E - z_C)$	$x_C(z_E - z_C)$	$x_A(z_E - z_A) + (x_A + x_C)(z_A - z_C)$
Aire contenue dans l'alumine				
$z_C(x_A + x_C)$	$z_C(x_B + x_C)$	$z_A(x_A + x_C) + (z_C - z_A)(x_A + x_C)$	$z_C(x_B + x_C)$	$z_C(x_B + x_C)$
Aire contenue dans NiAl				
$x_A z_D$	$x_B z_D$	$x_B z_D$	$x_A z_0 - z_D + (x_A + x_B) z_A$	$x_B z_D$

### Volumes de matière écrasée

La figure suivante montre un quart d'empreinte de profondeur  $e$ , de demi-largeur  $l$ .



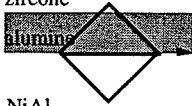
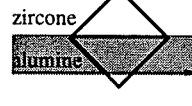
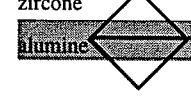
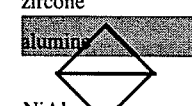
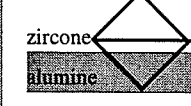
Soit  $A$  l'aire de l'empreinte à la surface calculée ci-dessus.

Soit  $V$  le volume de matière écrasée.

$$\text{On a } V = \frac{1}{3} AL \tan \theta$$

L'angle  $\theta$  est défini par la géométrie du diamant Vickers:  $\theta = 22^\circ$ .

Le retour élastique du matériau n'est pas pris en compte.

 <p>zirconium alumine NiAl</p> <p><math>z_0=0</math></p>	 <p>zirconium alumine NiAl</p> <p><math>z_0 = z_{Al}</math></p>	 <p>zirconium alumine NiAl</p> <p><math>z_{Al} &gt; z_0 &gt; 0</math></p>	 <p>zirconium alumine NiAl</p> <p><math>z_0 &lt; 0</math></p>	 <p>zirconium alumine NiAl</p> <p><math>z_0 &gt; z_{Al}</math></p>
volume contenue dans la zirconium	volume contenue dans la zirconium	volume contenue dans la zirconium	volume contenue dans la zirconium	volume contenue dans la zirconium
$1/3 A_{zirc} x_C \tan \theta$	$1/3 A_{zirc} x_C \tan \theta$	$1/3 A_{zirc} x_C \tan \theta$	$1/3 [(x_A \sum A_i - (A_{nial} + A_{alum}) x_C) \tan \theta]$	$1/3 A_{zirc} x_C \tan \theta$
volume contenue dans l'alumine	volume contenue dans l'alumine	volume contenue dans l'alumine	volume contenue dans l'alumine	volume contenue dans l'alumine
$1/3 [(A_{zirc} + A_{nial}) x_A - A_{zirc} x_C] \tan \theta$	$1/3 [(A_{zirc} + A_{nial}) x_A - A_{nial} x_B] \tan \theta$	$1/3 (x_A \sum A_i - A_{nial} x_B - A_{zirc} x_C) \tan \theta$	$1/3 [(A_{zirc} + A_{nial}) x_A - A_{nial} x_B] \tan \theta$	$1/3 [(A_{zirc} + A_{nial}) x_B - A_{zirc} x_C] \tan \theta$
volume contenue dans NiAl	volume contenue dans NiAl	volume contenue dans NiAl	volume contenue dans NiAl	volume contenue dans NiAl
$1/3 A_{nial} x_A \tan \theta$	$1/3 A_{nial} x_B \tan \theta$	$1/3 A_{nial} x_B \tan \theta$	$1/3 A_{nial} x_B \tan \theta$	$1/3 [(x_A \sum A_i - (A_{alum} + A_{zirc}) x_B) \tan \theta]$

### Histogrammes indiqués au paragraphe III.5.4.1

